

TUGAS AKHIR - TL 141584

ANALISIS PENGARUH REDUKTOR FERROUS (Fe) TERHADAP SIFAT KAPASITIF MATERIAL *GRAPHENE* UNTUK APLIKASI SUPERKAPASITOR

SAMUEL
NRP. 02511440000020

Dosen Pembimbing
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M. T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2018



TUGAS AKHIR - TL 141584

**ANALISIS PENGARUH REDUKTOR FERROUS (Fe)
TERHADAP SIFAT KAPASITIF MATERIAL
GRAPHENE UNTUK APLIKASI SUPERKAPASITOR**

SAMUEL

NRP. 02511440000020

Dosen Pembimbing

Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.

Haniffudin Nurdiansah, S.T., M. T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL

Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya

2018



FINAL PROJECT - TL 141584

THE ANALYSIS OF EFFECT FERROUS REDUCTOR (Fe) ON CAPACITIVE PROPERTIES OF GRAPHENE MATERIAL BASED SUPER CAPACITOR

SAMUEL

NRP. 02511440000020

Advisor

Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.

Haniffudin Nurdiansah, S.T., M. T.

DEPARTEMENT OF MATERIAL ENGINEERING

Faculty of Industrial Technology

Sepuluh Nopember Institut of Technology

Surabaya

2018

**ANALISA PENGARUH REDUKTOR FERROUS (Fe)
TERHADAP SIFAT KAPASITIF MATERIAL
GRAPHENE UNTUK APLIKASI SUPERKAPASITOR**

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
Pada
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :
SAMUEL
NRP. 0251144000020

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Diah Susanti S.T, M.Tc, P.hD..... (Pembimbing I)
2. Haniffudin Nurdiansah S.T, M.T..... (Pembimbing II)



ANALISA PENGARUH REDUKTOR FERROUS (Fe) TERHADAP SIFAT KAPASITIF MATERIAL GRAPHENE UNTUK APLIKASI SUPERKAPASITOR

Nama : Samuel
NRP : 02511440000020
Departemen : Teknik Material
Dosen Pembimbing I : Diah Susanti, S.T, M.T, Ph.D.
Dosen Pembimbing II : Haniffudin Nurdiansah, S.T, M.

Abstrak

Di era globalisasi ini, banyak piranti elektronik yang membutuhkan kapasitor, seperti komputer. Namun, masih terdapat kekurangan pada sifat – sifatnya sehingga masih perlu dikembangkan. Kapasitor adalah perangkat elektronik yang dapat menyimpan dan memberikan energi, salah satu pengembangannya adalah superkapasitor. Salah satu tipenya adalah *Electrical Double Layer Capacitor* atau EDLC. Pengembangan yang umum dilakukan adalah penggunaan graphene dalam aplikasi EDLC. Alasan menggunakan graphene adalah sifat konduktifitas listrik dan luas permukaan aktif yang tinggi yang dimiliki material graphene. Dengan tahapan reduksi, pereduksian grafit oksida, sehingga menjadi *graphene* diharapkan mampu menghasilkan sifat konduktifitas listrik yang baik, sehingga penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh reduktor Ferrous (Fe) pada *graphene* terhadap sifat kelistrikannya dan struktur *graphene*. Metode Hummer yang dimodifikasi diikuti dengan proses *hydrothermal* digunakan untuk mensintesis *reduced Graphene Oxide* (rGO). Penelitian ini menggunakan Iron Powder 99% sebagai media reduktor dengan variasi massa 0,68 gr, 1,36 gr, 2,04 gr. Material yang disintesis dikarakterisasi dengan menggunakan XRD, SEM-EDX, FTIR, FPP, dan CV. Sifat kapasitif elektroda diukur dengan melakukan uji CV dengan rentang scan rate 5, 10, 50 dan 100 mV/s. Hasil Penelitian ini menunjukkan bahwa kapasitansi spesifik sebesar 172 F/g pada massa reduktor 0,68 gr Fe dengan larutan Na₂SO₄ 1M.

Kata Kunci : *Graphene, rGO, Superkapasitor, EDLC, Ferrous, Kapasitansi*

THE ANALYSIS OF EFFECT FERROUS REDUCTOR (Fe) ON CAPACITIVE PROPERTIES OF GRAPHENE MATERIAL BASED SUPER CAPACITOR

Name : Samuel
Student Number : 02511440000020
Departement : Material Engineering
Advisor : Diah Susanti, S.T, M.T, Ph.D.
Co-Advisor : Haniffudin Nurdiansah, S.T, M.T.

Abstract

In this era of globalization, many electronic devices that require capacitors, such as computers. However, there are still deficiencies in its properties so it still needs to be developed. Capacitor is an electronic device that can store and energize, one of the development is superkapasitor. One type is Electrical Double Layer Capacitor or EDLC. A common development is the use of graphene in EDLC applications. The reason for using graphene is the electrical conductivity properties and the high active surface area that graphene material possesses. By reducing graphite oxide, which would be graphene, is expected to produce good electrical conductivity properties,. Therefore, the research aims to determine the effect of Ferrous (Fe) reductor on graphene structure and electrical properties. The modified hummer method was followed by a dried process was used to synthesize reduced graphene oxide (rGO). This research uses 99% Iron powder as a reducing medium as mass variation of 0.68 gr, 1.36 gr, 2.04 gr. The synthesized material was characterized using XRD, SEM-EDX, FTIR, FPP, and CV. The capacitive properties of the electrode were measured by performing a CV test with a scan rate range of 5, 10, 50 and 100 mV / s. The results of this study showed that the specific capacitance of 172 F / g in the reduction mass of 0.68 gr Fe with 1M Na₂SO₄ solution.

Keywords : *Graphene, Supercapacitor, EDLC, Ferrous, Capacitance*

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat, anugerah, serta karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir serta menyusun laporan Tugas Akhir dengan judul **“Analisis Pengaruh Reduktor Ferrous (Fe) Terhadap Sifat Kapasitif Material Grpahene Untuk Aplikasi Superkapasitor”**. Laporan tugas akhir ini dibuat untuk melengkapi Mata Kuliah Tugas Akhir yang menjadi salah satu syarat kelulusan mahasiswa di Departemen Teknik Material Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, laporan tugas akhir ini tidak dapat terselesaikan dengan baik. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada pihak yang telah memberikan dukungan, bimbingan, dan kesempatan kepada penulis hingga laporan tugas akhir ini dapat diselesaikan, diantaranya

1. Allah SWT berkat pertolongan dan bimbingan-Nya penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir.
2. Kedua orang tua dan keluarga yang telah menjadi sumber motivasi dalam pembuatan laporan ini, serta telah mendukung secara moril maupun materiil, dan doa yang selalu dipanjatkan demi kesehatan, keselamatan, dan kelancaran dalam mengerjakan Laporan Tugas Akhir.
3. Dr. Agung Purniawan S.T, M.Eng., selaku Ketua Departemen Teknik Material FTI-ITS
4. Diah Susanti, S.T., M.T.,Ph.D. selaku dosen pembimbing Tugas Akhir yang telah membimbing, membantu, dan memberikan banyak ilmu kepada penulis dalam pengerjaan Laporan Tugas Akhir
5. Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T selaku co dosen pembimbing Tugas Akhir yang telah membimbing, membantu, dan memberikan banyak ilmu kepada penulis dalam pengerjaan Laporan Tugas Akhir.

6. Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si., Ph.D. selaku dosen wali yang telah membantu penulis menjalani pendidikan di Departemen Teknik Material FTI-ITS.
7. Seluruh dosen dan karyawan Departemen Teknik Material FTI-ITS yang selalu mendukung mahasiswa untuk menuntut ilmu dengan memberikan pengajaran dan fasilitas terbaik.
8. Alif Nurrahman Hakim selaku teman seperjuangan pada topik tugas akhir ini
9. Teman-teman Laboratorium Kimia Material yang telah membantu dalam proses pengerjaan tugas akhir ini
10. Teman-teman grup yang selalu memberikan nasehat dan dukungan dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
11. Keluarga MT 16 yang penulis sayangi, yang telah menemani dan memberikan banyak pengalaman berharga selama jenjang perkuliahan ini.
12. Dan seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam penulisan Tugas Akhir ini.

Penulis berharap laporan tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi seluruh pihak yang membaca. Penulis juga menyadari masih terdapat banyak kekurangan dalam penulisan laporan tugas akhir ini, sehingga penulis sangat menerima kritik dan saran dari para pembaca yang dapat membangun demi kesempurnaan laporan tugas akhir ini.

Surabaya, 29 Juni 2018
Penulis,

Samuel
02511440000020

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT.....	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Kapasitor	4
2.2 <i>Graphene</i>	8
2.3 Metoda Pembuatan Graphene.....	11
2.4 Sifat Fisik dan Kimia Besi (Fe)	14
2.5 Karakterisasi GO dan rGO	15
2.6 Penelitian- penelitian yang Telah Dilakukan	20
BAB III METODOLOGI	
3.1 Bahan Penlitan	22
3.2 Alat Penelitian.....	22
3.3 Metoda Penelitian.....	25
3.4 Pengujian.....	31
3.4.1 <i>Scanning Electron Microscopy (SEM) & Energy</i> <i>Dispersive X-ray (EDX)</i>	33
3.4.2 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	35
3.4.3 <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)</i>	37
3.4.4 <i>Four Point Probe (FPP)</i>	38
3.4.5 <i>Cyclic Voltametry</i>	40
BAB IV HASIL DAN ANALISA DATA	
4.1 Hasil Pengujian <i>X-Ray Diffraction</i>	42
4.2 Hasil Pengujian <i>Four Transform Infrared (FTIR)</i>	46

4.3 Scanning Electron Microscope (SEM)	49
4.4 Hasil Pengujian Four Point Probe (FPP)	57
4.5 Hasil <i>Pengujian Cyclic Voltametry</i>	59
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	66
5.2 Saran	66
DAFTAR PUSTAKA	xviii
LAMPIRAN.....	xxii
BIODATA PENULIS	xxii

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Plot Ragone untuk <i>Storage Energy Devices</i>	5
Gambar 2.2 Skema Proses <i>Charging</i> dan <i>Discharging</i> pada EDLC	6
Gambar 2.3. Tipe Kurva CV dari berbagai jenis.....	7
Gambar 2.4. Fluktuasi Permukaan <i>Graphene</i>	9
Gambar 2.5. <i>Lattice Hexagonal Graphene</i>	10
Gambar 2.6. Skema reduksi rGO	11
Gambar 2.7. Ilustrasi Reduksi Fe.....	12
Gambar 2.8. Raman Spectra dan Pola XRD	15
Gambar 2.9. Spektrum FTIR GO dan rGO	17
Gambar 2.10. SEM grafit, GO, dan rGO	19
Gambar 3.1. Flowchart Proses Sintesis Grafit Oksida	26
Gambar 3.2. Flowchart Proses Sintesis rGO	28
Gambar 3.3. Flowchart Proses Pembuatan Elektroda	30
Gambar 3.4. Flowchart Pengujian Penelitian	32
Gambar 3.5. Mekanisme Kerja Alat SEM	33
Gambar 3.6. <i>Scanning Electron Microscopy</i>	34
Gambar 3.7. Metoda difraksi X-Rays	35
Gambar 3.8. Instrumen XRD PAN Alytcal.....	36
Gambar 3.9. Alat Uji FTIR	38
Gambar 3.10. Skematik <i>Four Point Probe</i>	40
Gambar 3.11. Sel Standar 3 Elektroda	41
Gambar 4.1. Perbandingan hasil XRD pada sampel grafit, grafit oksida dan graphene	42
Gambar 4.2. Hasil XRD pada <i>Graphene</i> dengan variasi massa Fe 0,68gr, 1,36gr, dan 2,04gr	44
Gambar 4.3. Pola Spektrum Grafit, Grafit Oksida, dan Rgo ..	47
Gambar 4.4. Pola Spektrum Graphene dengan variasi massa	48
Gambar 4.5. Hasil SEM 5000X	49
Gambar 4.6. Hasil SEM Grafit Oksida	50
Gambar 4.7. Hasil SEM Graphene.....	51
Gambar 4.8 Hasil SEM Graphene.....	51
Gambar 4.9. Hasil SEM Graphene.....	52

Gambar 4.10. Hasil SEM Nickel Foam.....	53
Gambar 4.11. Hasil SEM-EDS Graphene 0,68 gram Fe	54
Gambar 4.12. Hasil SEM-EDS Graphene 1,36 gram Fe	55
Gambar 4.13. Hasil SEM-EDS Graphene 2,04 gram Fe	56
Gambar 4. 14. Pengaruh Massa Reduktor.....	58
Gambar 4.15. Hasil Uji CV.....	59
Gambar 4.16. Hasil Uji CV.....	61
Gambar 4.17. Hubungan <i>Specific Capacitance</i> dan Massa	63
Gambar 4.18 Hubugnan <i>Specific Capacitance</i> dan <i>Scan Rate</i>	64
Gambar 4.19. Hasil <i>Spesific Power</i> dan <i>Spesific Energy</i>	65

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Perbandingan Nilai Kapasitansi dari Graphene	20
Tabel 3.2 Informasi Hasil Pengujian XRD	37
Tabel 4.1 Perbandingan hasil XRD dari grafit, grafit oksida,dan graphene	44
Tabel 4.2 Perbandingan hasil XRD dari Graphene 0,68 gram, 1,36 gram, dan 2,04 gram Fe	45
Tabel 4.3. Data Hasil Unsur pada EDS.....	54
Tabel 4.4. Data Hasil Unsur pada EDS.....	55
Tabel 4.5. Data Hasil Unsur pada EDS.....	56
Tabel 4.6. Data Hasil Pengujian	57
Tabel 4.7. Data Hasil Pengujian CV pada Variasi Massa Reduktor Fe	62

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



BAB 1 **PENDAHULUAN**

1.1. Latar Belakang

Di era globalisasi ini, Banyak orang yang sudah ketergantungan dengan alat elektronik, tidak hanya remaja, pelajar, dan pemuda, namun orang lansia juga menggunakan piranti elektronik, seperti radio, handphone, bahkan komputer. Alat-alat elektronik tersebut tersusun dari banyak piranti kerja elektronik, konduktor, transformator, dan kapasitor. Namun, di Indonesia, kebutuhan akan daya yang dibutuhkan masih kurang memadai khususnya kapasitor.

Kapasitor merupakan perangkat elektronik yang dapat menyimpan dan memberikan energi. Kapasitor ditemukan oleh Michael Faraday (1791-1867) dengan konstruksi dua keping logam sejajar yang disisipi material dielektrik diantara keduanya. Seiring dengan pengembangannya terciptalah superkapasitor yang lebih baik dibanding kapasitor umumnya

Superkapasitor memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan baterai dan kapasitor konvensional, diantaranya adalah waktu hidup yang lebih lama, prinsip dan modelnya yang sederhana, waktu pengisian yang pendek, aman dan memiliki rapat daya yang tinggi yaitu 10-100 kali lipat lebih besar (Kay Hyeok, 2001.) Melihat potensi superkapasitor sangat tinggi maka dari itu penelitian untuk menyempurnakan piranti ini masih banyak dilakukan. Misalkan dari sisi efisiensi, kapasitas, dan pembuatannya.

Penelitian terbaru yang terkait dengan pengembangan superkapasitor adalah mengenai *Graphene*. *Graphene* merupakan material kristal dua dimensi yang stabil dalam keadaan lingkungan umum dan memiliki struktur yang special sehingga memberikan sifat elektronik yang tidak biasa, seperti ketidakbiasaan efek quantum Hall (Novoselov, dkk. 2007.) Selain itu, *Graphene* memiliki mobilitas electron yang tinggi ($\sim 10.000 \text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$), transparansi optik yang baik (97,7%), luas permukaan



spesifik yang besar ($2.630 \text{ m}^2/\text{g}$), modulus Young yang tinggi ($\sim 1 \text{ TPa}$), dan konduktivitas panas yang tinggi ($\sim 3000 \text{ W/m}\cdot\text{K}$) (Choi, dkk. 2011)

Karena sifat dan kemampuan *Graphene* yang telah disebutkan, maka metoda untuk pembuatan *Graphene* juga ikut berkembang dan ditingkatkan nilai kemampuannya. Pada beberapa tahun terakhir, cara sintesis yang berkembang adalah pengelupasan mekanik dari *graphite*, *Chemical Vapor Deposition* (CVD), pertumbuhan epitaxial dan reduksi kimia dari *graphit* oksida. Akan tetapi reduksi kimia dari *graphit* oksida adalah metoda yang paling tepat untuk memproduksi *graphene* dengan volume yang besar. Tetapi untuk menggunakan metoda tersebut biasanya digunakan *hydrazine*, *dimethyldrazine*, *hydroquinone* yang mana termasuk unsur beracun dan mudah meledak (Fan, dkk. 2011)

Pada 2015, Rahman Faiz Suwanda telah melakukan penelitian tentang sintesis *Graphene* dengan Zinc (Zn) untuk superkapasitor dan menghasilkan nilai konduktifitas $2,906 \text{ S/cm}$ dan nilai kapasitansi $90,623 \text{ F/gram}$. Hasil tersebut terbilang baik karena tidak menghasilkan unsur yang sangat berbahaya bagi lingkungan. Selain itu, Zhuan-Jun Fan pada tahun 2011 mereduksi *graphite* oksida untuk membuat *graphene* dengan nilai adsorpsi kapasitas $111,6 \text{ mg/g}$ namun tidak menghasilkan nilai konduktifitas. Sehingga dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis *Graphene* dengan reduktor Fe untuk superkapasitor.

1.2. Rumusan Masalah

Masalah yang terdapat dalam penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana pengaruh variasi massa reduktor ferrous terhadap struktur dan morfologi *Graphene* sebagai elektroda superkapasitor?
2. Bagaimana pengaruh variasi massa reduktor ferrous terhadap sifat kapasitif dari elektroda superkapasitor berbahan *Graphene*?



1.3. Batasan Masalah

1. Ukuran serbuk grafit dianggap sama.
2. Kecepatan stirring dianggap konstan.
3. Temperatur dan tekanan udara sekitar dianggap konstan.
4. Tekanan dari autoclave dianggap Seragam
5. Impuritis pada serbuk grafit dan bahan kimia diabaikan
6. *pH* Aquades dianggap Netral
7. Luas Permukaan Nickel foam dianggap sama
8. Fluktuasi temperature furnace diabaikan

1.4. Tujuan

Tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Menganalisis pengaruh reduktor ferrous terhadap struktur dan morfologi *Graphene* sebagai elektroda superkapasitor.
2. Menganalisa pengaruh reduktor ferrous terhadap sifat kapasitif dari elektroda superkapasitor berbahan *Graphene*

1.5. Manfaat Tugas Akhir

Penelitian ini memiliki manfaat untuk menghasilkan material *Graphene* hasil reduksi dengan *Ferrous* (Fe) yang memiliki sifat kapasitif yang baik untuk aplikasi elektroda superkapasitor serta manfaat bagi penelitian – penelitian selanjutnya dalam pengembangan material berbahan *Graphene*



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. *Kapasitor*

Kapasitor merupakan perangkat elektronik yang dapat menyimpan dan memberikan energi, namun hal tersebut bergantung pada beban kapasitif atau beban yang mengandung suatu rangkaian kapasitor (Belly .2010.) Kapasitor terbagi dalam dua grup dasar: kapasitor elektrolitik dan kapasitor elektrokimia. Kapasitor elektrolitik memiliki konstruksi 2 keping logam sejajar yang disisipi material dielektrik diantara keduanya. Material seperti lapisan plastik dan keramik digunakan sebagai dielektrik, dengan berbagai jenis logam yang digunakan sebagai elektroda.

Kapasitor elektrokimia menggunakan elektrolit yang dapat memunculkan lapisan dielektrik dan juga membentuk kutub katoda. Logam foil atau serbuk, seperti halnya aluminum dan tantalum, digunakan untuk membentuk kutub Anoda (KEMET Co. Ltd. 2010). Kapasitor ditemukan oleh Michael Faraday (1791-1867). Satuan kapasitor disebut Farad (F). Satu Farad = $9 \times 10^{11} \text{ cm}^2$ yang artinya luas permukaan kepingan tersebut. Sifat kapasitansi sebanding dengan luas permukaan plat elektroda dan permitivitas dielektrik antar dua plat serta berbanding terbalik dengan jarak antar dua plat. Kapasitansi dalam kapasitor keping sejajar dapat ditulis sebagai berikut:

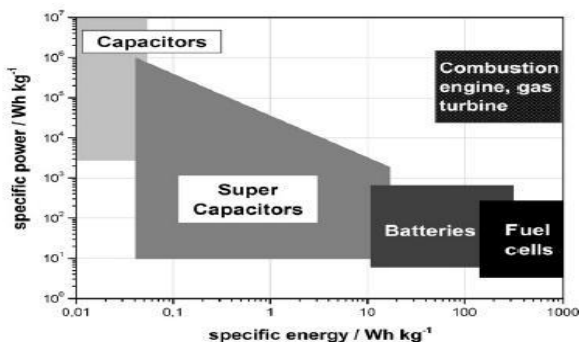
$$C = Q \times V = I \times tV = \epsilon \cdot A / d \quad ; \gg d^2 \dots\dots\dots(2.1)$$

C adalah kapasitansi (Farad), Q adalah muatan (Coulomb), V adalah potensial (Volt), i adalah arus (Ampere), t adalah waktu (detik), ϵ adalah permitivitas dielektrik (Fm^{-1}), A adalah luas permukaan konduktor atau plat (m^2), dan d adalah ketebalan dielektrik atau jarak antara kedua plat (m).

Kapasitor elektrokimia adalah kapasitor jenis khusus yang bekerja berdasarkan *charging* (pemasukan muatan) dan *discharging* (pelepasan muatan) dari *interface* material-material



yang mempunyai luas spesifik yang tinggi seperti material karbon yang berpori atau beberapa oksida logam yang berpori. Kapasitansinya 10000 kali lebih tinggi (**Gambar 2.1.**) daripada kapasitansi kapasitor elektrolitik dengan dimensi yang sama. Oleh karenanya, kapasitor elektrokimia sering juga disebut “*superkapasitor*” atau “*ultracapasitor*”. (Conway 1999).



Gambar 2. 1 Plot Ragone untuk storage energy devices
(Warner,dkk. 2006)

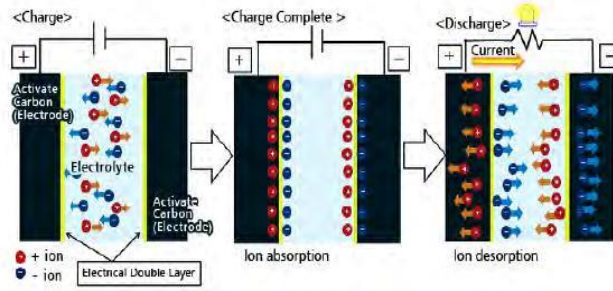
2.1.1. Electrical Double Layer Capacitor (EDLC)

Electric Double Layer Capacitor (EDLC) adalah jenis kapasitor yang menyimpan energi dalam *electrochemical double-layer* pada elektroda dan termasuk dalam jenis kapasitor elektrokimia. Kapasitor ini memiliki beberapa nama yang sering disebut seperti ‘*Double-layer capacitor*’, ‘*Supercapacitor*’, ‘*Ultracapacitor*’, ‘*Powercapacitor*’, atau ‘*Goldcapacitor*’.

Adanya mekanisme absorpsi dan desorpsi ion pada *double-layer* elektroda karbon aktif berperan dalam pengisian dan pengosongan EDLC. Dengan memberikan tegangan pada elektroda yang saling berhadapan maka ion akan tertarik ke permukaan kedua elektroda dan terjadilah proses pengisian atau *charging*. Sebaliknya, ion akan bergerak menjauh saat EDLC digunakan atau *discharging* (Murata Co. Ltd. 2013). Skema



mekanisme dari *charge* dan *discharge* dan pergerakan ion pada EDLC dapat dilihat pada gambar 2.2 dibawah ini.



Gambar 2.2 Skema proses *charging* dan *discharging* pada EDLC (Murata Co. Ltd. 2013)

Ion yang digunakan didapat dari elektrolit yang berada diantara kedua elektroda karbon aktif yang terdisosiasi. Disosiasi sendiri merupakan peristiwa terurainya suatu zat menjadi beberapa zat yang lebih sederhana. Pada EDLC misalnya, sebuah larutan elektrolit AB terdisosiasi menjadi komponennya A^- dan B^+ . Hal tersebut dinamakan disosiasi elektrolit atau ionisasi dan reaksi ini juga merupakan reaksi reversibel atau berjalan bolak-balik karena ion-ion A^- dan B^+ juga bisa kembali membentuk elektrolit AB. Melalui proses seperti inilah ion-ion bermuatan listrik dapat dimanfaatkan pada sistem kerja EDLC. Setelah ion bermuatan listrik diproduksi selanjutnya ion-ion tersebut akan bergerak secara difusi menuju elektroda seperti yang terlihat pada **Gambar 2.2** dan terjadilah proses *charging* dan hal tersebut akan terjadi juga saat proses *discharging*.

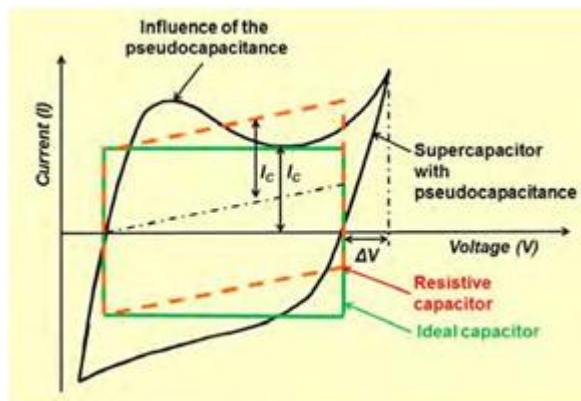
2.1.2. Superkapasitor

Superkapasitor adalah piranti elektrokimia yang dapat menyimpan energi dan melepaskannya kembali dengan kekuatan



daya yang tinggi dan densitas arus yang tinggi selama selang waktu yang pendek. Sehingga, kapasitor sangat diunggulkan sebagai pengganti untuk baterai dan fuel cell pada berbagai variasi aplikasi, misalnya mobil dan piranti elektronik portabel. Prinsip penyimpanan energi pada superkapasitor adalah akumulasi dari muatan elektrostatik pada elektroda-interface elektrolit (EDLC) atau transfer dari muatan ke dalam lapisan molekul yang mengalami reaksi redoks pada bagian permukaan dari elektroda (pseudokapasitor).

Berbagai tipe superkapasitor dapat dilihat dari jenis kurva *cyclic voltammogram* (CV) nya. Gambar 2.17 menunjukkan berbagai tipe kurva CV dari berbagai jenis superkapasitor.



Gambar 2.3. Tipe kurva CV dari berbagai jenis superkapasitor (Elzbieta Frackowiak, 2001)

Dari **Gambar 2.3.** tersebut dapat dilihat bahwa superkapasitor mempunyai beberapa tipe. Yang pertama adalah superkapasitor ideal (warna hijau). Superkapasitor ideal menunjukkan pola *charging discharging* yang sama, sehingga mempunyai bentuk yang *rectangular*, atau persegi, yang menandakan bahwa *charging discharging* berlangsung dalam



waktu yang sama. Yang kedua adalah jenis kapasitor resistif (warna merah). Kapasitor jenis ini ditandai oleh bentuk kurva CV yang *rectangular*, namun miring keatas, yang menandakan adanya peningkatan *current density* seiring dengan pertambahan nilai voltase.

Yang terakhir adalah jenis *pseudocapacitor* (warna hitam). Ciri khas dari jenis kapasitor ini adalah adanya *hump* (gundukan), yang menandakan terjadinya reaksi, baik oksidasi maupun reduksi. *Pseudocapacitor* biasanya mempunyai kapasitansi yang lebih tinggi, karena adanya efek reaksi redoks yang terjadi.

Superkapasitor EDLC sangat tergantung pada luas permukaan aktif dari material elektroda. Oleh karena itu, grafena yang mempunyai luas permukaan aktif teoritik mencapai $2.63 \times 10^6 \text{ m}^2/\text{kg}$, yang juga mempunyai sifat konduktivitas yang baik, mikrostruktur yang dapat dikontrol, dan stabilitas termal dan mekanik yang luar biasa, sangat menjanjikan sebagai elektroda EDLC. Dengan menggunakan elektroda dari grafena oksida yang telah direduksi, Stoller dkk, menemukan nilai kapasitansi mencapai 135.000 F/kg dan 99.000 F/kg pada larutan dan elektrolit organik.

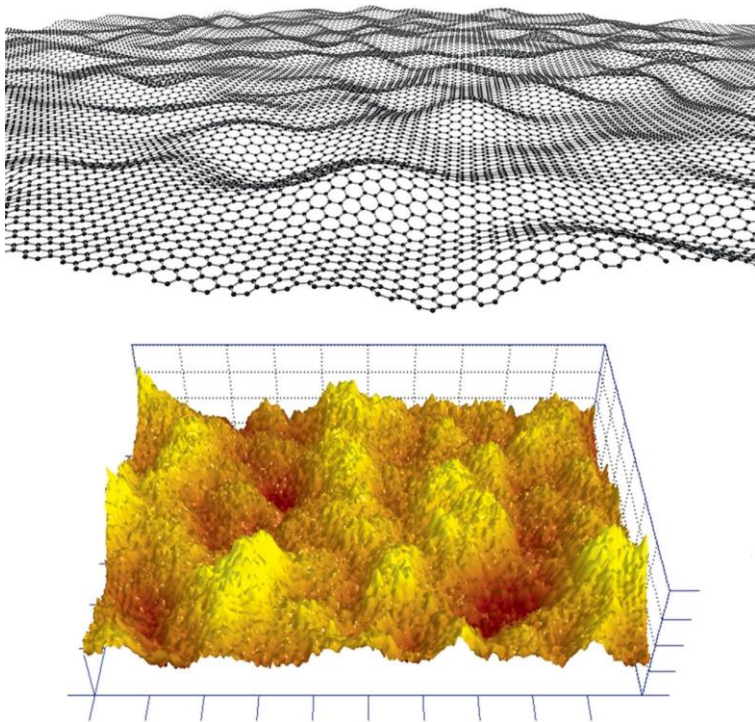
Peneliti yang lain, Wang dkk (2009) menemukan bahwa superkapasitor dengan berbahan grafena mempunyai kapasitansi 205.000 F/kg pada kondisi densitas daya 10kW/kg dan densitas 28,5 W/kg. Selain itu, elektroda dari grafena dapat meminimalisir tahanan elektronik dan tahanan ionik serta dapat bekerja pada frekuensi yang tinggi, dimana EDLC yang menggunakan karbon aktif sebagai elektrodanya akan berubah menjadi resistor ketika diberi perlakuan frekuensi tinggi, sehingga tidak efektif. (Nurdiansah.2014.)

2.2. Graphene

Graphene adalah susunan atom karbon dalam kerangka heksagonal serupa sarang lebah yang membentuk satu lembaran dengan ketebalan satu atom. Penemuan *graphene* secara



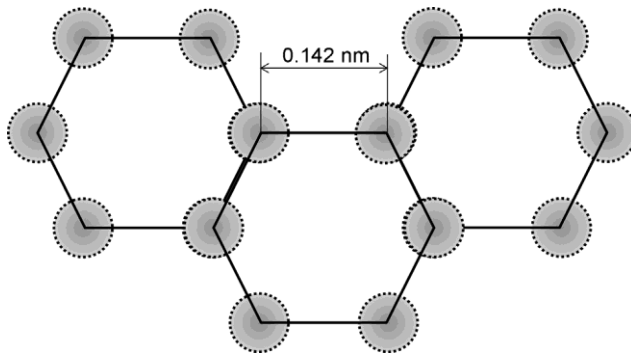
eksperimental terjadi tahun 2004 oleh Novoselov dkk yang menggunakan *scotch tape* untuk proses fabrikasi. Setelah itu, banyak dilakukan penelitian baik untuk memodelkan berbagai sifat dari *graphene* maupun untuk membuat dan memanfaatkannya. Hasil-hasil penelitian menyebutkan, *graphene* dengan kualitas yang baik mempunyai densitas defect yang rendah dan bersifat seperti logam dengan mobilitas tinggi serta konstan



Gambar 2.4. Fluktuasi permukaan graphene (Zhen. 2018)



Pada tahun 2005, Novoselov dan Geim dari Universitas Manchester mengukur mobilitas pembawa muatan *graphene* yang mencapai $15,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ untuk *single layer graphene* diatas **Gambar 2.4.** silikon dioksida. Nilai ini tidak bergantung terhadap temperature antara $0^\circ - 100^\circ \text{ K}$. Selain itu Kim dkk dari Universitas Columbia juga melakukan pengukuran mobilitas pembawa muatan dengan nilai mencapai $20000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ (Novoselov dkk. 2005).



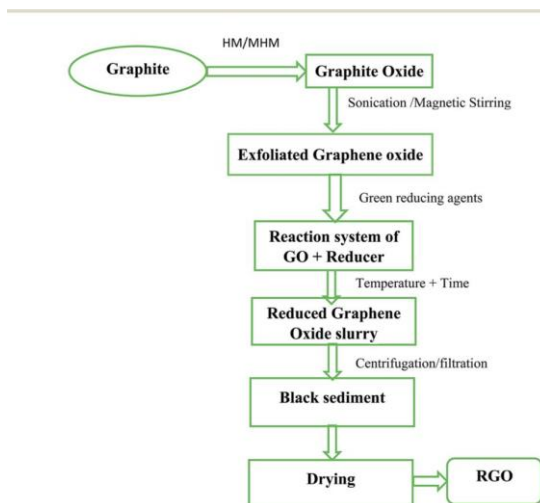
Gambar 2.5. *Lattice Hexagonal Graphene* (Zhen. 2018)

Sesuai dengan definisinya, *graphene* merupakan satu lapis atom karbon dalam kisi heksagonal dengan ketebalan tidak lebih dari 1 nm **Gambar 2.5.** *Graphene* didapatkan dari pengelupasan struktur grafit oksida yang telah direduksi, sehingga hanya menyisakan beberapa layer yang sangat tipis (Zhang,dkk. 2015). Morfologi *graphene* dapat dilihat pada **Gambar 2.2.** Pada Gambar tersebut tampak morfologi *graphene* yang tipis dan berkerut-kerut. Ini menunjukkan bahwa grafit oksida tadinya mempunyai banyak layer, yang kemudian mengelupas satu-



persatu. Daerah yang lebih tebal merupakan morfologi dari *few layer graphene*.

2.3 Metoda Pembuatan Graphene

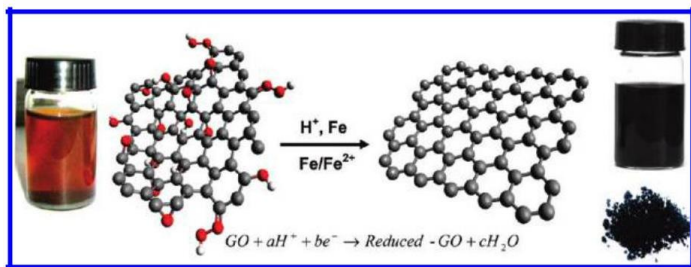


Gambar 2.6. Skema reduksi RGO (Novoselov. 2004)

Pada perkembangan terbaru, selain dari reduksi GO, graphene dapat diproduksi dengan pengelupasan mikro-mekanik dari grafit pirolitik (Novoselov,dkk. 2004,) pertumbuhan epitaxial, dan Chemical Vapor Deposition (CVD). Ketiga metode ini dapat menghasilkan graphene dengan struktur yang relatif sempurna dan sifat yang sangat baik **Gambar 2.6.** . Sementara itu jika dibandingkan, GO memiliki dua karakteristik penting: (1) dapat diproduksi dengan menggunakan grafit yang murah sebagai bahan baku dengan metode kimia dan biaya-efektif dengan hasil tinggi, dan (2) sangat *hydro-philic* dan dapat membentuk koloid berair yang stabil. untuk memfasilitasi perakitan struktur makroskopis dengan proses solusi sederhana dan murah, keduanya penting untuk penggunaan graphene berskala besar. Akibatnya, GO dan rGO masih menjadi topik



hangat dalam penelitian dan pengembangan graphene, terutama dalam hal aplikasi massal.



Gambar 2.7. Ilustrasi reduksi Fe (Fan,dkk.2011)

Oleh karena itu, reduksi GO jelas merupakan topik utama, dan proses reduksi yang berbeda menghasilkan sifat yang berbeda yang pada akhirnya mempengaruhi kinerja akhir material atau keanehan yang terdiri dari rGO (**Gambar 2.7.**). Meskipun target akhir untuk mencapai graphene sempurna sangat sulit dijangkau, tetapi upaya penelitian terus-menerus membuatnya mendekat.

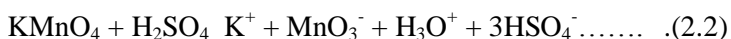
2.3. 1. Metode Hummers

Banyak metoda yang digunakan untuk mensintesis grafit oksida, seperti Staudenmaier dan Hummer. Umumnya, peneliti menggunakan metoda Hummer karena prosesnya lebih cepat dan sedikit resiko terjadinya ledakan. Metoda Hummer merupakan bagian dari metoda pembuatan Graphite Oksida yang akan dibentuk menjadi graphene dari reduksi GO. Berbeda dengan metoda Staudenmaier yang menggunakan HNO_3 dan $KClO_3$, metoda Hummer menggunakan $KMnO_4$ dan $NaNO_3$.

Proses oksidasi grafit menjadi grafit oksida dilakukan dengan menggunakan metoda Hummer. Metode Hummer menggunakan larutan $NaNO_3$, H_2SO_4 , $KMnO_4$, dan H_2O_2 . Produk oksidasi kemudian dimurnikan dengan pencucian 10% HCl, dan dilanjutkan dengan pencucian aquades (Tien,dkk. 2012.)



Permanganate merupakan oksidan (*dihydroxylations*), berupa Mn_2O_7 . Terbentuk minyak berwarna merah tua dari hasil reaksi $KMnO_4$ dengan H_2SO_4 . Aktivasi Ion MnO_4^- yang sangat reaktif hanya terjadi pada kondisi asam sesuai persamaan 2.2 dan 2.3. Transformasi MnO_4^- menjadi bentuk yang lebih reaktif Mn_2O_7 akan sangat membantu mengoksidasi grafit, tetapi bentuk bimetal dari permanganate oksida diketahui dapat meledak jika mengalami pemanasan melebihi $55\text{ }^{\circ}C$. Tromel dan Russ telah membuktikan kemampuan Mn_2O_7 dalam memilih oksida berikatan rangkap alifatik lebih ikatan rangkap aromatik. Hal ini merupakan gambaran penting struktur grafit dan proses reaksi yang terjadi selama oksidasi (Dreyer, et al. 2009).



Grafit dicampurkan dengan H_2SO_4 pada temperature $0\text{ }^{\circ}C$. Kemudian distirring dengan penambahan $KMnO_4$ secara bertahap. Proses stirring harus dijaga pada temperatur dibawah $35\text{ }^{\circ}C$ selama 24 jam. Proses berikutnya adalah penambahan aquades pada campuran. Karena penambahan aquades pada H_2SO_4 konsentrasi medium melepaskan sejumlah panas, maka temperaturnya harus dikontrol kurang dari $100\text{ }^{\circ}C$. $30\% H_2O_2$ harus ditambahkan dalam campuran untuk mereduksi sisa $KMnO_4$. Ketika hidrogen peroksida ditambahkan maka terbentuk gelembung-gelembung dan warna larutan berubah menjadi kuning cerah. Selanjutnya untuk menghilangkan ion-ion dari aquades maka campuran harus dicuci dengan menggunakan HCl 5%. Produk campuran kemudian dikeringkan pada temperature $120\text{ }^{\circ}C$ selama 12 jam (Wu, et al. 2015).

Namun, produk Hummer biasanya adalah bagian intinya berupa grafit sedangkan bagian luarnya adalah oksida grafit (GO). Untuk mengatasi hal ini, maka perlu dilakukan perlakuan sebelum melakukan proses Hummer untuk meningkatkan derajat oksidasi. Metode pra-oksidasi ini pertama kali diperkenalkan oleh



Kovtukhova (1999), Grafit dicampurkan dengan H_2SO_4 , $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ dan P_2O_5 dijaga pada temperature 80°C selama 6 jam. Hasil campuran kemudian dicuci dengan air dan dikeringkan. Selain dengan Pra-oksidasi, untuk menghasilkan produk GO yang sempurna metode Hummer juga dapat dimodifikasi dengan menambah jumlah potassium permanganat.

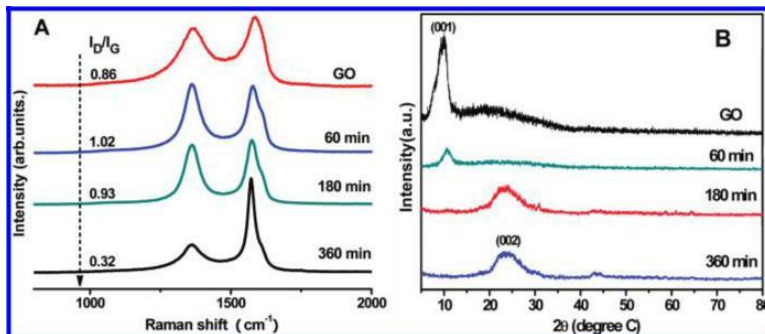
2.4. Karakteristik Ferrous (Fe)

Besi atau ferrous memiliki nomor atom 26, yang mana dalam *table periodic* termasuk golongan 8 dan perioda 4. Secara kasat mata, unsur ini terlihat mengkilap keabu-abuan dengan paduan metalik. Unsur ini juga memiliki massa atom 55,854 g/mol dengan konfigurasi elektron : [Ar] $3d^6 4s^2$. Pada temperatur kamar, besi memiliki fasa padat dengan massa jenis $7,86 \text{ g/cm}^3$ dan kapasitas kalornya (25°C) $25,10 \text{ J/ (mol.K.)}$. Untuk meleburkan besi dari padat hingga menjadi fasa liquid diperlukan temperatur hingga 1811°K (1538°C , 2800°F) sedangkan untuk mendidihkan harus memanaskannya hingga 3134°K (2861°C , 5182°F) (Satria.2015) Besi terdapat di alam dalam bentuk senyawa, misalnya pada mineral hematite (Fe_2O_3), magnetit (Fe_3O_4), pirit (FeS_2), siderite (FeCO_3), dan limonit ($2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$). Unsur besi sangat penting dalam hampir semua organisme yang hidup. Penelitian terbaru menunjukkan bahwa Besi juga bias dijadikan bahan nanokomposit dengan GO untuk membentuk suatu lapisan absorben. Untuk mempersiapkan komposit FeOx-GO, garam besi, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ dan FeSO_4 pada rasio molar 1: 1, ditambahkan ke dalam suspensi GO berair sebagai prekursor oksida besi. Senyawa besi telah dilaporkan membentuk ikatan silang dengan fungsi oksigen pada permukaan bahan karbon (Su,dkk. 2017)



2.5. Karakterisasi GO dan rGO

2.5.1. XRD



Gambar 2.8. Raman spectra (A) dan pola XRD (B) dari GO sebelum dan sesudah reduksi dengan Fe untuk waktu re-reduction yang berbeda. (Fan.2011)

Sebagai tambahan, kita selanjutnya mengkarakterisasi struktur kristal GNS oleh XRD. **Gambar 2.8.** menunjukkan patokan XRD GO dan GNS. Karena adanya kelompok fungsi oksigen pada lembaran karbon, jarak basal GO yang diperoleh dari puncak (001) kira-kira 8 Å ($2 \times 10,3^\circ$) yang besar dibandingkan grafit (0,34 nm). Dengan meningkatnya waktu reaksi, intensitas puncak (001) pada $10,3^\circ$ berkurang secara signifikan, dan benjolan kecil tampak di dekat $23,2^\circ$. Fenomena ini disebabkan oleh penghapusan beberapa kelompok fungsional yang mengandung oksigen. Setelah dikurangi selama 360 menit, puncak pada $10,3^\circ$ menghilang sepenuhnya dan puncak yang lebar pada $24,3^\circ$ muncul, menunjukkan pengurangan GO yang dalam dan pengelupasan kulit dari GNS berlapis.

2.5.2. Fourier Transforms Infrared Spectroscopy (FTIR)

Dalam penelitian graphene, penting untuk mempelajari jenis kelompok fungsional oksigen yang terikat pada bidang basal. FTIR adalah teknik untuk mengidentifikasi konfigurasi



ikatan berbagai macam oksigen. Ini juga alat pelengkap untuk spektroskopi Raman. Spektrum FTIR dari grafit murni tidak menunjukkan puncak khas untuk kelompok fungsional yang dapat dilihat. Ini hanya menampilkan dua puncak pada kira-kira 1610 dan 450 cm^{-1} yang dikaitkan dengan getaran kerangka dari domain grafit (sp^2 aromatik C]C) dan getaran molekul air yang teradsorpsi (peregangan O-H), masing-masing.

Setelah direaksikan dengan zat pengoksidasi, lembaran graphene beroksigen dapat menampilkan serangkaian pita penyerapan yang berbeda atau karakteristik puncak berkisar antara 900 sampai 3.500 cm^{-1} . Ini termasuk puncak karboksil (1700-1750 cm^{-1}) yang terutama ada di tepi lembaran, getaran peregangan alkoksi (1040- 1170 cm^{-1}), getaran peregangan O-H (3300-3500 cm^{-1}), puncak deformasi O-H (1300-1400 cm^{-1}) dan getaran peregangan kelompok epoksi C-O (1000-1280 cm^{-1}). Khususnya, puncak arang C- C dapat terlihat antara kisaran 1600 - 1650 cm^{-1} . Puncak ini dihasilkan dari domain sp^2 grafit yang tidak teroksidasi dan getaran yang dihasilkan dari daerah yang tidak teroksidasi ini disebut getaran kerangka.

Namun, pada sampel GO yang berbeda, puncak karakteristik di atas ditemukan pada posisi yang sedikit berbeda. Ini mungkin merupakan konsekuensi dari sistem dan kondisi reaksi yang berbeda.

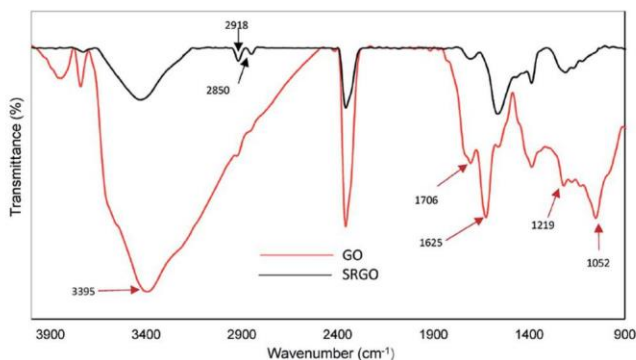
Sementara GO direduksi oleh reduktor kimia, puncak karakteristik di atas secara bertahap lebih lemah selama reaksi berlangsung dan beberapa di antaranya lenyap sama sekali. Hal ini mengindikasikan keberhasilan penghilangan oksigen dari lembaran. Spektrum RGO menampilkan ikatan C- C yang mencolok di kisaran 1600 cm^{-1} . Selain itu, ini menampilkan dua puncak baru di wilayah 2922 dan 2853 cm^{-1} yang dikaitkan dengan adanya getaran berulang- CH_2 dan -CH. Hal ini juga dijelaskan sebagai adsorpsi zat pereduksi oleh permukaan lembaran.

Pengamatan ini menunjukkan bahwa kerangka atom karbon sp^2 terbentuk di RGO. Dalam penelitian sebelumnya,



puncak getaran alkoksi dan epoksi tetap tidak terdistorsi di RGO meskipun posisinya telah ada berubah. Hal ini dianggap berasal dari pengurangan parsial GO. Dalam studi lain, puncak penyerapan gugus alkoksi dan karboksil ditemukan lebih lemah pada suhu yang lebih tinggi yang mengurangi oksida graphene (HT-RGO) dari pada suhu ruang yang mengurangi oksida graphene (RT- RGO).

Penyelidikan ini menunjukkan bahwa tingkat reduksi yang lebih tinggi terkait dengan suhu yang lebih tinggi (90-95 C). (Khai dkk. 2013.) juga ditemukan pada asam karboksil dan hidroksil yang benar-benar hilang seluruhnya setelah perlakuan solvothermal GO. Hal ini disebabkan oleh prosedur reduksi ringan. Di sini, **Gambar 2.9.** menunjukkan spektrum FTIR GO dan RGO dan menunjukkan karakterisasi FTIR dari sampel GO yang berbeda.



Gambar 2.9. Spektrum FTIR GO dan RGO (Khai. 2013.)

2.5.3. Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM biasanya digunakan untuk mempelajari morfologi permukaan graphene, GO dan grafit. Secara umum, lembaran grafit nampaknya kue ditumpuk berlapis. Ini juga menunjukkan penampilan yang mirip dengan karbon sp² yang kuat terhadap ikatan karbon di permukaan. Sebaliknya, nanosheets GO

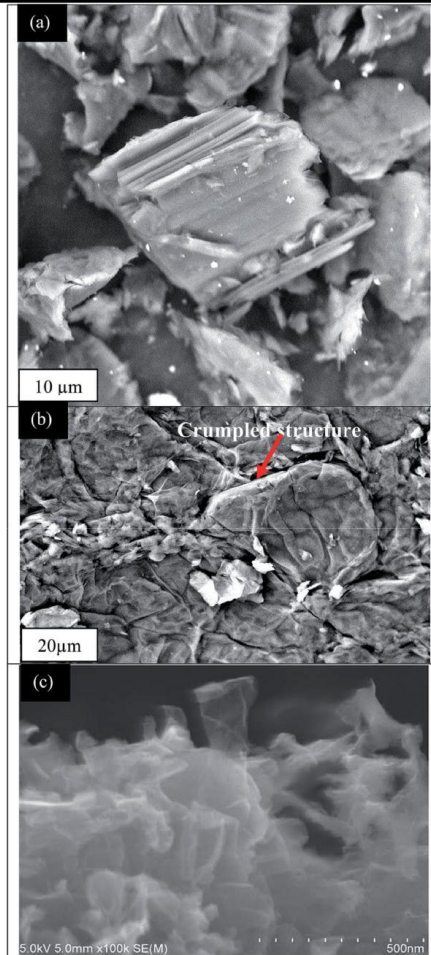


menunjukkan munculnya kerutan bergelombang di bawah SEM dimana permukaannya berbulu dan kasar, dan ujung-ujungnya buram.

Pada konsentrasi yang lebih tinggi, permukaan GO menampilkan seperti lembaran lembut seperti morfologi yang mungkin merupakan pelekatan molekul air sisa, gugus karboksil dan hidroksil dengan lembaran tersebut. Dalam RGO, nanosheets menampilkan tekstur tipis dan berkerut. Hal ini disebabkan oleh susun lembaran individu dengan berbagai teknik perakitan sendiri. Hal ini disebabkan oleh sifat intrinsik graphene.

Namun, ukuran lateral rata-rata lembaran GO raksasa telah dilaporkan berukuran 18,5 mm dengan distribusi ukuran yang relatif luas mulai dari satu sampai beberapa senyawa mikro (Gurunathan dkk.2013) juga menggunakan gambar SEM untuk menghitung ukuran lateral rata-rata GO dan RGO. Mereka menemukan ukuran lateral rata-rata lembar GO dan RGO masing-masing 8 dan 10 mm, meskipun berbagai ukuran (antara 2 dan 20 mm) dianalisis dalam penelitian ini.

Gambar SEM dari grafit, GO dan RGO digambarkan di dalamnya dengan lipatan dan gulir di tepinya. Hal ini disebabkan sifat intrinsik graphene. (Yu, dkk.2011) mengklaim bahwa kerutan dapat hadir tidak hanya di tepi tetapi juga di tengah nanosheets. Hal ini bertanggung jawab atas lembaran untuk terlihat dilipat dan digulung. Khususnya, mikroskop elektron transmisi resolusi tinggi (HR-TEM) dapat menunjukkan jumlah lapisan pada lokasi yang berbeda pada lembaran. Dengan teknik ini, jarak kisi yang diukur dari graphene lapisan tunggal adalah 0,345 nm.



Gambar 2.10. SEM dari (a) grafit, (b) GO dan (c) RGO.
(Yu.2011)

Struktur GO berbeda dari RGO terutama dalam analisis SEM. Ini menggambarkan struktur kristal atau simetris heksagonal lapisan graphene. Sebuah reduksi kimiawi, titik-titik rektum yang kuat dan baik diamati pada cincin polikristalin dari



SEM . Hasil ini jelas menentukan penghancuran koherensi antar lapisan

2.6. Penelitian-penelitian yang telah dilakukan

Tabel 2. 1 Perbandingan nilai kapasitansi dari superkapasitor
Graphene

Material	Perlakuan	Kapasitansi Spesifik (F/g)	Peneliti
<i>Graphene</i>	Deposit pada nickel foam	125,87	Hanung dkk (2015)
<i>Graphene</i>	Ultrasonikasi dan hidrotermal	190,01	Adhtiawan, dkk (2014)
<i>Graphene</i>	Massa Zink	90,623	Suwandana, dkk (2014)
<i>Graphene</i>	Ultrasonikasi dan hidrotermal	491,36	Nurdiansah H, dkk (2014)
<i>Nitrogen Doped Graphene</i> dari Sutra Kepompong	Temperatur karbonisasi dan % Nitrogen	348	Vikrant Sahu, dkk (2015)
<i>Nitrogen doped Graphene</i>	Proses sumber doping nitrogen	286	S. Suresh Balaji, dkk (2016)
<i>Nitrogen doped Graphene</i>	Variasi <i>Graphene</i> dengan doping nitrogen	243,5	Youning Gong, dkk (2015)
Nitrogen Doped Graphene	Variasi Persentase Nitrogen	208,47	Diah Ayu Safitri (2017)



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI - ITS

Nitrogen Doped Boron	Variasi Graphene dengan doping Boron	192,5	Yurian Ariandi Andrameda (2017)
-------------------------	--	-------	---------------------------------------



BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan Penelitian

Dalam penelitian ini terdapat beberapa bahan penelitian, yakni:

1. Serbuk Grafit ukuran 150 μm (Purity 99%)
2. *Iron* (Fe) powder
3. Aquades/Air Suling (H_2O)
4. Asam Sulfat (H_2SO_4)
5. Es Batu (H_2O Solid)
6. Natrium Nitrat (NaNO_3)
7. Potassium Permanganat (KMnO_4)
8. Hidrogen Peroksida (H_2O_2)
9. Asam Klorida (HCL)
10. Barium Klorida (BaCl_2)
11. Asam Boric (H_3BO_3)
12. Natrium Sulfat (Na_2SO_4)
13. Nickel Foam
14. Carbon Tape
15. Kertas Saring

3.2 Alat Penelitian

Dalam penelitian ini terdapat beberapa alat yang digunakan yakni :

1. Neraca Analitik,
Alat ini digunakan untuk mengukur massa dari bahan padatan.
2. Pipet dan Mikro Pipet,
Alat Ini digunakan untuk mengambil larutan kimia.
3. Spatula,
Alat ini digunakan dalam pengambilan bahan atau sampel padat.
4. Hot Plate dengan Magnetik Stirrer ,
Alat ini digunakan untuk mencampurkan serta



mengaduk agar homogen serta pemberian temperatur pada larutan yang diaduk.

5. Furnace (*Thermolyne*),
Alat ini digunakan untuk pemanasan dalam proses *drying* dan *hydrothermal*
6. Autoclave,
Alat ini digunakan dalam proses *hydrothermal* sebagai wadah larutan dalam menghomogenkan kontak panas dan udara vaccum
7. Erlenmayer
Alat ini digunakan sebagai media tempat larutan yang memerlukan perlakuan mengadukan
8. Ice Bath,
Alat ini digunakan untuk tempat peletakan es saat membuat grafit oksida yang bersifat penjaga temperatur
9. Tabung Centrifuge,
Alat ini digunakan untuk menampung larutan yang akan dimasukan ke dalam alat centrifuge.
10. Centrifuge
Digunakan untuk mendispersi partikel endapan dalam larutan dan memisahkannya
11. Instrumen Karakterisasi,
Untuk karakterisasi digunakan beberapa alat,yakni :
 - a. X-Ray Diffraction (XRD), Alat karakterisasi ini digunakan untuk menganalisa suatu material dan struktur kristal dari hasil penelitian.
 - b. Scanning Electron Microscope (SEM-EDX), Alat karakterisasi ini digunakan untuk menganalisa morfoligi dan juga ukuran pastikel dari hasil penelitian.
 - c. Fourir Transform Infrared (FTI-R), Alat karakterisasi ini digunakan untuk menganalisa



- jenis gugus ikatan kimia suatu material.
- d. Four Point Probe, Alat Karakterisasi ini digunakan untuk mengukur nilai konduktifitas listrik dari material.
 - e. Cyclic Voltammetry (CV), Alat karakterisasi ini digunakan untuk mengukur material nilai kapasitansi dari hasil penelitian.

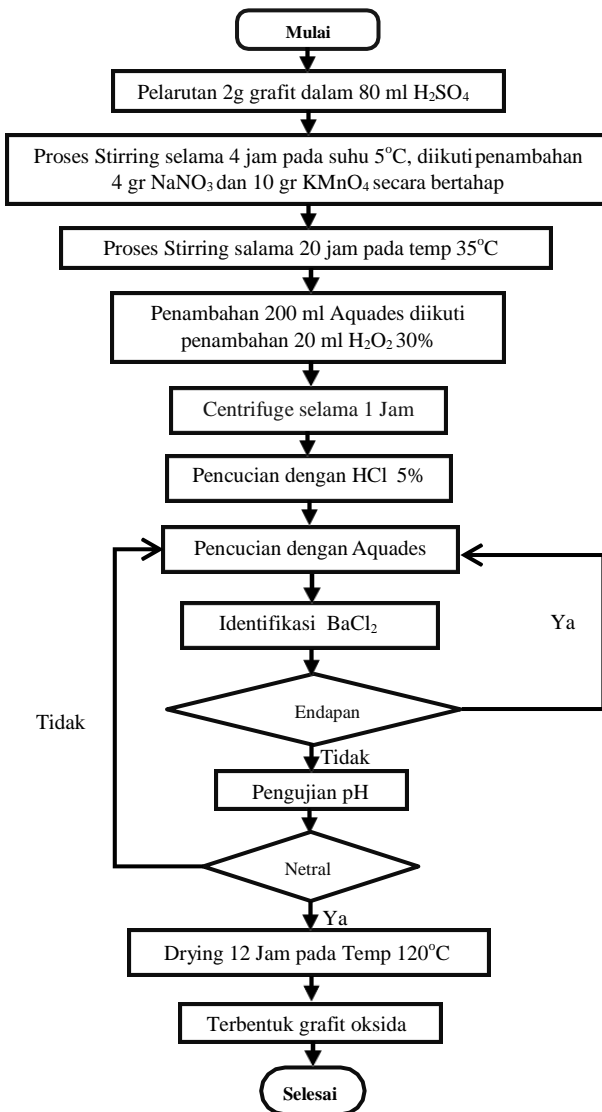


3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini terdapat serangkaian proses untuk menghasilkan mulai dari grafit oksida hingga menjadi *graphene* dengan reduktan *iron* (Fe). Proses pertama merupakan proses pengubahan grafit menjadi grafit oksida dengan proses modifikasi Hummer. Selanjutnya sintesis *graphene* dengan cara mereduksi grafit oksida dengan reduktan *iron* (Fe). Selanjutnya serbuk *graphene* di depositkan ke nickel foam dan di bentuk elektroda.



3.3.1 Sintesis Grafit Oksida (GO)



Gambar3.1 Flowchart Proses Sintesis Grafit Oksida (GO)

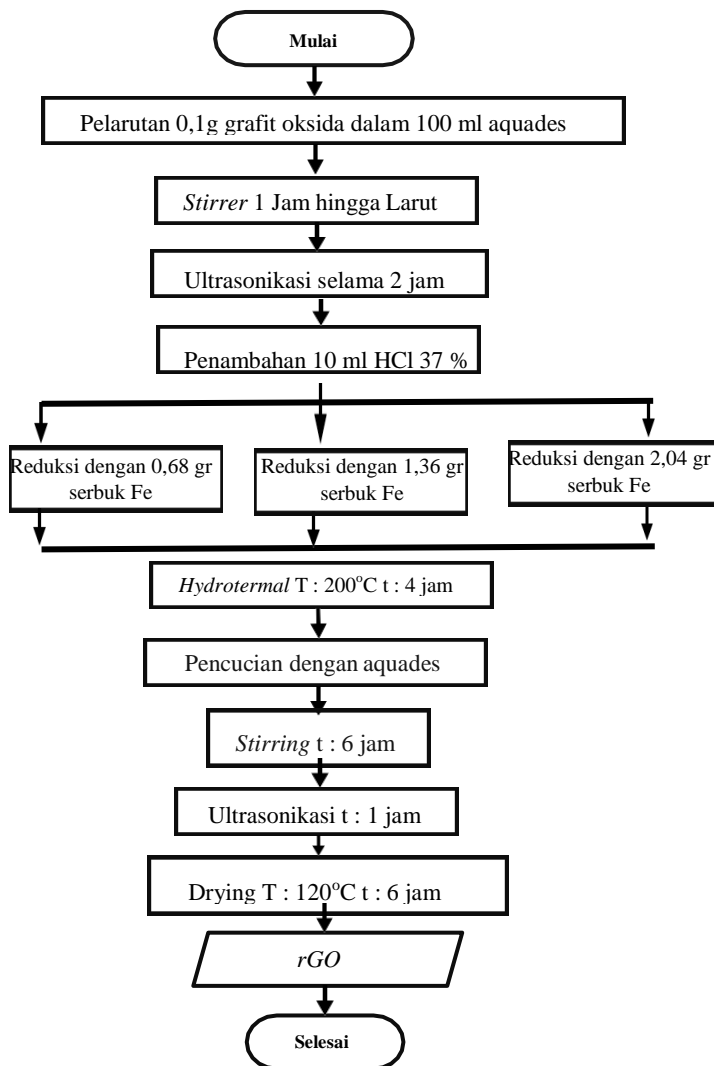


Grafrit oksida meruapakan bahan utama pembuat *graphene* yang dibuat dari oksida grafit dalam larutan asam. Grafit oksida disintesis dengan menggunakan modifikasi metode Hummer. Proses sintesis dengan metode ini menggunakan serbuk grafit, KMnO_4 , NaNO_3 , dan H_2SO_4 sebagai bahan dasar dan agen pengoksidasi. Proses sintesis grafit oksida ditunjukkan pada **Gambar 3.1**. Sintesis Grafit Oksida dimulai dengan *stirring* 2 gram serbuk grafit dengan ukuran sekitar $150\ \mu\text{m}$ dengan 80 ml H_2SO_4 98% selama 4 jam dengan kecepatan tinggi di dalam *ice bath* dengan temperatur rata-rata 5°C . Setelah proses *stirring* berjalan selama 2 jam 10 gram KMnO_4 dan 4 gram NaNO_3 mulai ditambahkan sedikit demi sedikit dan bergantian selama satu jam, larutan akan berubah warna menjadi hijau keunguan selama proses penambahan zat tersebut. Lalu di biarkan teraduk selama satu jam setelah penambahan agar larutan menjadi homogen.

Setelah proses *Ice Bath* selesai dilakukan, dilanjutkan dengan proses *stirring* pada temperatur 35°C selama 20 jam dengan proses ini, larutan yang awalnya berwarna hijau keunguan akan perlahan berubah menjadi cokelat muda dan lebih kental. 200 ml aquades ditambahkan secara bertahap kedalam larutan tersebut agar mengurangi kekentalan, dalam tahap penambahan aquades larutan akan melepas kalor. Penambahan 200 ml aquades tersebut larutan akan berubah menjadi coklat tua. Setelah larutan menjadi homogen ditambahkan 20 ml hidrogen peroksida (H_2O_2) 30% secara bertahap sampai larutan menjadi homogen. Larutan kemudian dibiarkan dalam keadaan terstirring selama 30 menit. Dilanjutkan dengan *centrifuge* lalu diambil endapannya. Selanjutnya dilakukan pencucian dengan HCL 5% (0,1 M) untuk menghilangkan ion logam-logam yang tersisa. Proses pencucian selanjutnya menggunakan aquades secara berkala untuk menetralkan *pH*. Untuk mengetahui keberadaan ion sulfat dilakukan titrasi BaCl_2 1 M, Jika muncul endapan putih bersih maka di indikasikan bahwa masih terdapat ion sulfat di dalamnya. Larutan yang sudah netral dan tanpa pengotor (endapan) lain dilakukan *centrifuge* lagi untuk memisahkan grafit yang belum.



3.3.1 Sintesis Reduced Graphene Oxide (rGO)



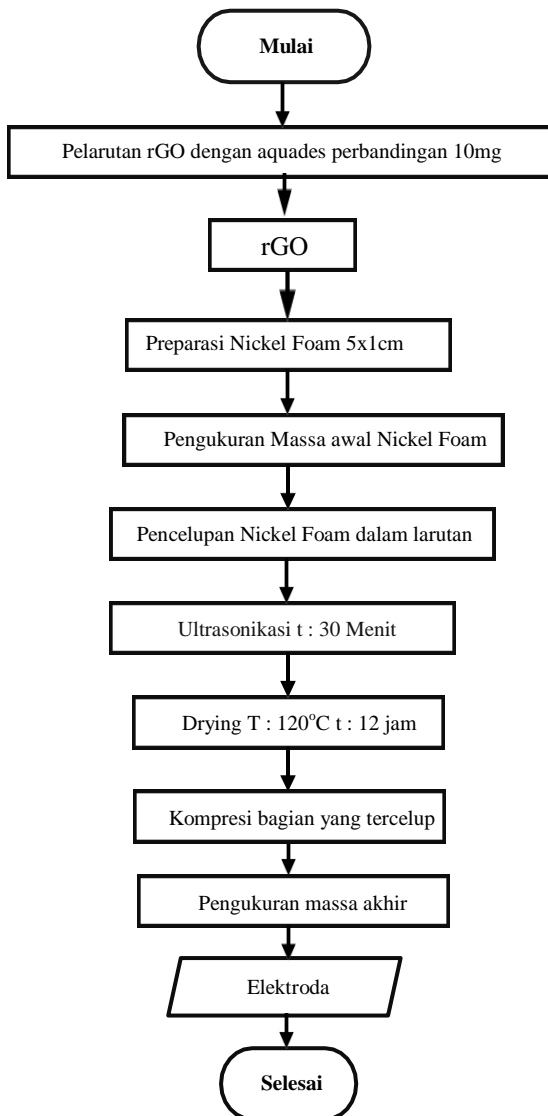
Gambar 3.2 Flowchart Proses Sintesis rGO



Reduced graphene oxide disintesis dengan cara meng- *exfoliated* grafit oksida menjadi *graphene oxide*, kemudian dilanjutkan dengan mereduksi *graphene oxide* menjadi *Reduced graphene oxide* (rGO). Grafit oksida direduksi untuk mendapatkan *graphene oxide* dengan cara stirring selama 1 jam yang sebelumnya 0,1 gram grafit oksida telah di larutkan dalam 100 ml aquades. Setelah itu grafit oksida yang sudah terlarut dalam aquades dilakukan proses ultrasonikasi yang berfungsi untuk mengelupas (*exfoliate*) grafit oksida menjadi lembaran- lembaran kecil *graphene oxide*. Proses ultrasonikasi dilakukan menggunakan gelombang ultrasonik dengan frekuensi lebih dari 20.000 Hz selama 120 menit. Larutan lalu di tambahkan HCl 37% sebanyak 10 ml, lalu ditambahkan *iron* (Fe) untuk mereduksi *graphene oxide* dengan variasi *iron* (Fe) : 0,68 gr ; 1,36 gr ; 2,04 gr ,di tambahkan lagi HCl 37% lalu di stirring selama 30 menit, di cuci dengan aquades hingga pH netral, setelah pH netral endapan di *hydrothermal* selama 4 jam pada temperatur 200°C. Proses sintesis ini menghasilkan rGO yang basah. Dilakukan pencucian dengan menggunakan aquades hingga pH netral proses lalu dilakukan drying pada temperatur 120°C selama 6 jam agar mendapatkan rGO yang kering. Proses ini ditunjukkan pada **Gambar 3.2**.



3.3.2 Pembuatan Elektroda



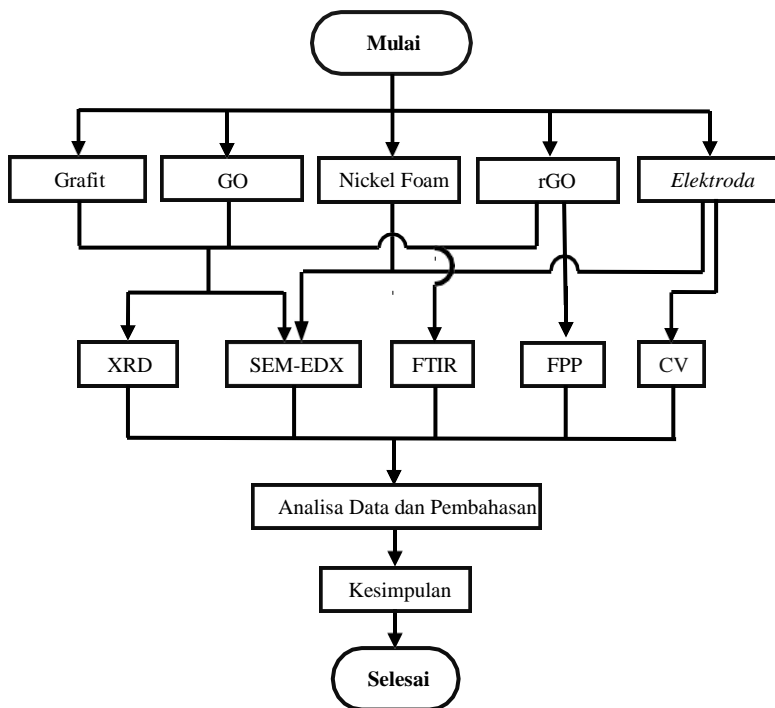
Gambar 3.3 Flowchart Proses Pembuatan Elektroda



Dalam pembuatan elektroda, seperti yang ditunjukkan **Gambar 3.3** dimana dibuat larutan dengan perbandingan *reduced graphene oxide* (rGO) 1 mg dengan 1 ml aquades. Kemudian di stirring selama 1 jam agar larutan homogen. Larutan ini akan digunakan untuk mendepositkan rGO ke *nickel foam* sebagai elektroda dengan cara mencelupkan sebagian *nickel foam* ke larutan lalu di ultrasonikasi selama 30 menit. *Nickel foam* di preparasi dengan memotong hingga ukuran 5x1 cm. *Nickel foam* berfungsi sebagai elektroda. Penimbangan massa awal *nickel foam* dilakukan untuk mengetahui berapa banyak massa rGO yang nanti terdepositasi. *Nickel foam* yang telah ditimbang dicelupkan kedalam larutan rGO. Ultrasonikasi kemudian dilakukan selama 30 menit untuk mendepositkan rGO kedalam pori-pori *nickel foam*. Setelah itu dilakukan proses *drying* dengan cara memasukan *nickel foam* ke dalam *muffle furnace*, *drying* selama 12 jam dengan temperatur 120 °C. Elektroda yang sudah siap dilakukan pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV) dengan larutan elektrolit Na_2SO_4 1M.

3.4 Pengujian

Dalam penelitian ini, digunakan data-data yang berasal dari beberapa pengujian sampel yang berguna untuk pembuktian teori yang ada serta hipotesa-hipotesa terhadap aplikasi pengembangan superkapasitor, khususnya superkapasitor berbahan *graphene* . Adapula pengujian yang dilakukan dalam mengumpulkan data-data seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 3.4**

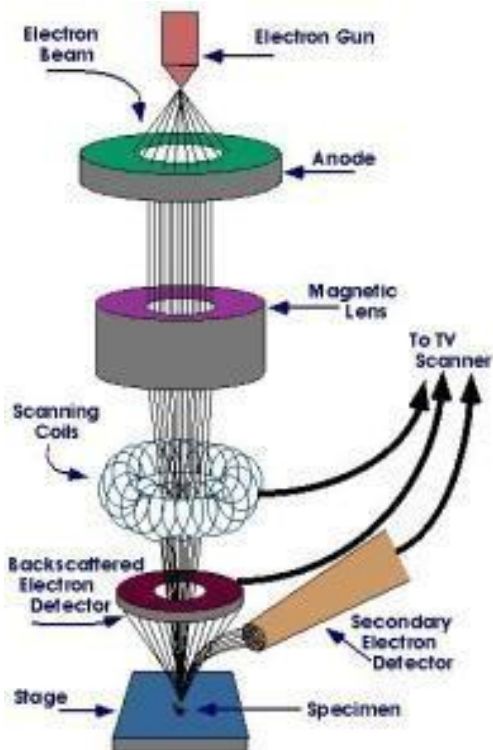


Gambar 3.4 *Flowchart* Pengujian Penelitian



3.4.1 Scanning Electron Microscopy (SEM) dan EDS

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan mikroskop yang memanfaatkan pancaran elektron berenergi tinggi untuk memeriksa objek dalam skala yang sangat kecil. Pengamatan ini memberikan informasi mengenai topografi (jenis permukaan objek), morfologi (bentuk dan ukuran partikel), komposisi (unsur dan senyawa beserta jumlah relatif masing-masing) menggunakan EDS (*Energy Dispersive X-Ray analysis*). SEM digunakan untuk menguji topografi dan morfologi dari semua sample.



Gambar 3.5 Mekanisme kerja alat SEM (Yurian.2017)



Prinsip kerja SEM ini ditunjukkan pada **Gambar 3.5** dimana berkas elektron yang dihasilkan oleh electron gun menyapu permukaan sampel. Pada saat elektron berinteraksi dengan sampel, maka akan dihasilkan secondary electron (SE), elektron ini masuk ke dalam detektor dan diubah menjadi sinyal listrik yang menghasilkan gambar pada layar monitor. Sinyal keluaran dari detektor ini berpengaruh terhadap intensitas cahaya di dalam tabung monitor, karena jumlah cahaya yang dipancarkan oleh monitor sebanding dengan jumlah elektron yang berinteraksi dengan sampel. Hasil yang ditampilkan dengan secondary electron ini adalah topografi permukaan sampel. Sedangkan untuk mengamati fasa-fasa, dilakukan dengan backscattered electron (BSE) dengan hasil gambar yang memiliki gradasi warna, Bahan dengan nomor atom yang besar, akan tampak lebih terang dibanding bahan dengan nomor atom yang lebih kecil.



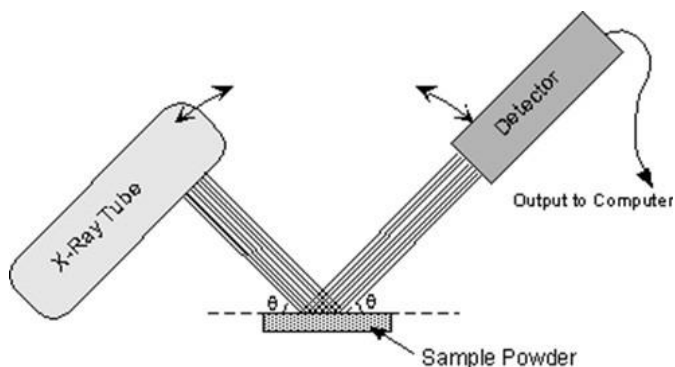
Gambar 3.6 *Scanning Electron Microscopy (SEM) Jeol JSM-7001F Inspect S50 (Yurian.2017)*

Pengujian EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy), bertujuan untuk mengetahui apa saja jenis unsur penyusun material yang ada dalam sampel, dan sekaligus untuk mengetahui nilai % berat dan % atomik dari semua unsur penyusun tersebut. EDS digunakan untuk mengetahui kandungan jumlah atom *iron* (Fe) yang terdeposit pada rGO dalam pengujian ini. Pengujian EDS dilakukan dengan menggunakan alat SEM, yang dilengkapi dengan software INCA yang ditunjukkan oleh **Gambar 3.6**



3.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisa menggunakan XRD akan memunculkan puncak – puncak yang spesifik. Sehingga kelemahan alat ini tidak dapat untuk mengkarakterisasi bahan yang bersifat amorf. Metode difraksi umumnya digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang belum diketahui yang terkandung dalam suatu padatan dengan cara membandingkan dengan data difraksi dengan database yang dikeluarkan oleh JCPDS (Joint Committee of Powder Diffraction Standard).



Gambar 3.7 Metode difraksi X-Rays (Yurian.2017)

Gambar 3.7 Menjelaskan Metode XRD dimana Tabung Sinar-X menembak pada sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi tertentu sehingga difraksi sinar-X



memenuhi :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots (3.1)$$

Dimana,

n = orde reaksi (1,2,3,...)

λ = panjang sinar-X

d = jarak kisi

θ = sudut difraksi

Karakterisasi material menggunakan XRD menggunakan alat instrumen XRD PAN Alytcal yang ditunjukkan pada **Gambar 3.8**. Karakterisasi XRD menghasilkan beberapa data baik data kualitatif maupun data kuantitatif seperti pada **Tabel 3.1**



Gambar 3.8 Instrumen XRD PAN Alytcal(Yurian.2017)



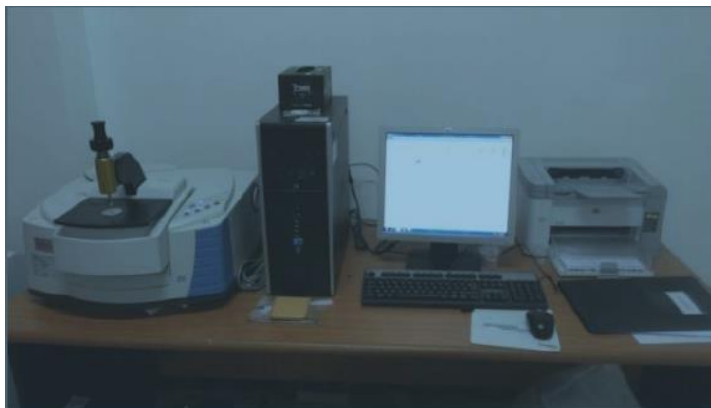
Tabel 3.1 Informasi hasil pengujian XRD (Pratapa, 2004)

No	Karakter	Informasi dari Material	
1	Posisi Puncak (2θ)	<ul style="list-style-type: none">• Fasa• Identifikasi Kristal• Struktur Kristal	<ul style="list-style-type: none">• Parameter kisi• Regangan seragam
2	Tinggi puncak (intensitas)	<ul style="list-style-type: none">• Identifikasi• Komposisi• Hamburan tak koheren	<ul style="list-style-type: none">• Extinction• Preferred orientation
3	Lebar dan Bentuk Puncak	<ul style="list-style-type: none">• Ukuran kristal (bukan partikel atau grain)	

Bentuk keluaran dari difraktometer dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis yang terekam per menitnya, dengan detektor dalam sudut 2θ per menit sehingga sumbu-X setara dengan sudut 2θ . Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik.

3.4.3 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Spektrofotometri Infra Red atau *Infra Merah* merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0,75–1.000 μm atau pada bilangan gelombang 13.000–10 cm^{-1} dengan menggunakan suatu alat yaitu Spektrofotometer Infra Merah. Metode ini banyak digunakan pada laboratorium analisis industri dan laboratorium riset karena dapat memberikan informasi yang berguna untuk analisis kualitatif dan kuantitatif, serta membantu penerapan rumus bangun suatu senyawa. Alat Uji FTIR terdapat pada **Gambar 3.9**



Gambar 3.9 Alat uji FTIR (Yurian.2017.)

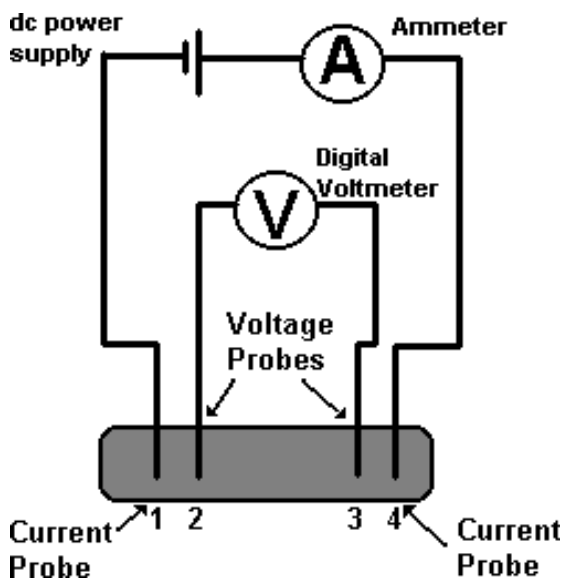
Pada prinsipnya, bila radiasi infra merah dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul-molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi sehingga terjadi transisi antara tingkat vibrasi dasar (ground state) dan tingkat vibrasi tereksitasi (exited state). Pengabsorpsian energi pada berbagai frekuensi dapat dideteksi oleh Spektrofotometer Infra Merah, yang memplot jumlah radiasi infra merah yang diteruskan melalui suatu cuplikan sebagai fungsi frekuensi atau panjang gelombang radiasi. Plot tersebut disebut spektrum infra merah, yang akan memberikan informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul. Vibrasi molekul hanya akan terjadi bila suatu molekul terdiri dari dua atom atau lebih. Untuk dapat menyerap radiasi infra merah (aktif inframerah), vibrasi molekul harus menghasilkan perubahan momen dwikutub.

3.4.4 Four Point Probe (FPP)

Pengujian *Four-Point Probe* (FPP) adalah salah satu jenis alat yang biasa digunakan untuk mengukur nilai resistansi suatu lapisan bahan elektronika yaitu bahan semikonduktor dalam pembuatan piranti elektronika. Seperti namanya, alat ukur ini



didasarkan pada 4 buah probe dengan 2 probe berfungsi untuk mengalirkan arus listrik dan 2 probe yang lain untuk mengukur tegangan listrik sewaktu probe-probe tersebut dikenakan pada bahan (sampel). Konfigurasi utama alat ukur FPP dapat ditunjukkan pada **Gambar 3.10** dimana keempat probe yang didesain dapat digerakkan naik dan turun. Gerakan turun dilakukan untuk meletakkan kesemua probe agar bersentuhan dengan permukaan sampel, sedangkan gerakan naik untuk melepaskan sentuhan probe dengan permukaan sampel. Mekanik gerakan probe (naik dan turun) tersebut biasanya ditopang oleh pegas (spring) untuk menghindari kerusakan permukaan sampel akibat tekanan yang terlalu kuat dari probe. Posisi ujung keempat-probe harus segaris, yaitu sewaktu diturunkan semua probe harus menyentuh permukaan sampel.



Gambar 3.10 Skema *Four Point Probe* (Yurian.2017)

Prinsip kerjanya, Sebelum arus dialirkan (diberikan) melalui probe, keempat probe diturunkan sehingga menyentuh permukaan sampel. Setelah itu arus I dialirkan melalui probe 1 dan 4. Dengan



cara seperti ini arus akan dialirkan / didistribusikan secara laminar melalui sampel dari probe yang satu menuju probe yang satunya. Pada daerah dimana probe 2 dan 3 bersentuhan dengan sampel tegangan 'drop' diukur dengan voltmeter. Dari variasi perubahan arus yang diberikan, akan diperoleh perubahan tegangan yang diukur. Aliran arus pada probe 2 dan 3 sangat kecil dan dapat diabaikan sebab tegangan diukur dengan menggunakan voltmeter rintangan tinggi. Dari perubahan ini akan diperoleh nilai kerintangan (resistivity)

$$R = \frac{\rho}{2\pi t} \ln(2) \dots \dots \dots (3.2)$$

$$R = \frac{V}{I} \dots \dots \dots (3.3)$$

$$\rho = \frac{\pi t}{\ln 2} \times \frac{V}{I} \dots \dots \dots (3.4)$$

Dimana :

- | | |
|--------|--------------------------|
| ρ | = resistivitas (Ohm) |
| T | = tebal material (cm) |
| V | = tegangan output (Volt) |
| I | = arus listrik (Ampere) |

Dari nilai relastivitas, dapat diketahui besar konduktivitas sampel dengan persamaan :

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \dots \dots \dots (3.5)$$

Dimana :

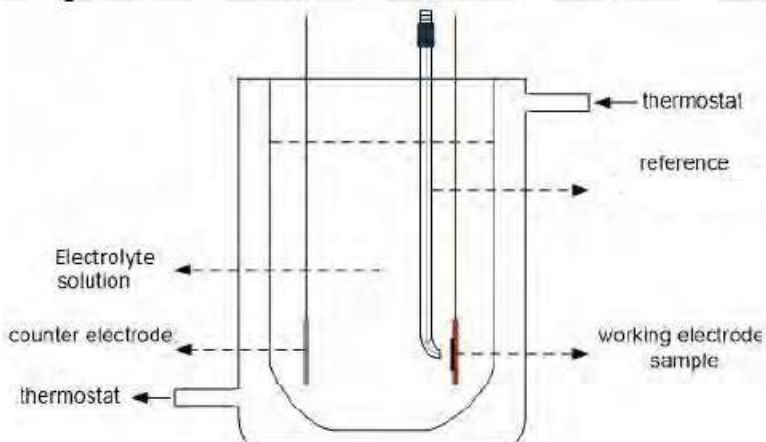
- | | |
|----------|------------------------|
| σ | = Konduktivitas (S/cm) |
|----------|------------------------|

3.4.5 Cyclic Voltametry (CV)

CV test adalah digunakan untuk mengetahui nilai kapasitansi dari sample elektroda dengan variasitertentu. Elektroda untuk pengujian ini dengan mendepositkan material yang diinginkan ke



dalam *nickel foam*. Larutan yang digunakan untuk pengujian elektroda adalah Na_2SO_4 1M. *Potential window* yang digunakan dalam pengujian CV ini yaitu 0-0,8 V. Hal ini dilakukan karena menyesuaikan rentang potensial kerja kapasitor. Instrumen yang digunakan adalah AUTOLAB PG STAT 302 METHROM (Netherland), dengan *Counter Electrode* adalah SCE.



Gambar 3.11 Sel Standar 3 Elektroda (Susanti.2010.)

Prinsip kerja *cyclic voltammetry* adalah dengan mengalirkan sejumlah beda potensial sehingga akan terukur besar sesuai dengan polarografi dari sampel elektroda yang digunakan dengan susunan seperti **Gambar 3.11**. Dalam CV, nilai kapasitansi juga dipengaruhi oleh reaksi redoks. Reaksi ini terjadi karena sampel bereaksi dengan elektrolit yang kuat sehingga nilai kapasitansi yang terbaca, tidak murni milik sampel. Untuk itu perlu menggunakan sampel dan elektrolit yang tepat jika ingin menghindarkan redoks pada sampel. Hasil yang diperoleh pada pengujian ini yaitu grafik *cyclic voltammetry*. Untuk menghitung besarnya kapasitansi spesifik digunakan persama di bawah ini. Di samping itu, hasil dar CV juga menggambarkan sifat kapasitif elektrokimia dari elektroda kerjanya.



$$C = \frac{\int i dV}{2 w \gamma \Delta E} \dots \dots \dots (3.6)$$

Dari hasil pengujian CV juga dapat diketahui nilai Densitas Energi (E) dan Densitas Power (P) dengan menggunakan rumus di bawah ini.

$$E = 0,5 \times C \times (\Delta V)^2 \dots \dots \dots (3.7)$$

$$P = \frac{V}{t} \dots \dots \dots (3.8)$$

Dimana :

- E : Densitas Energi (Wh/kg)
- C : Kapasitansi (Farad/gr)
- ΔV : Potensial Window (Volt)
- P : Densitas Power (W/kg)
- t : Waktu *discharge* (sekon)
- I : Arus (Ampere)
- w : Massa Elektroda *Graphene* (gr)
- γ : Scan Rate (V/s)

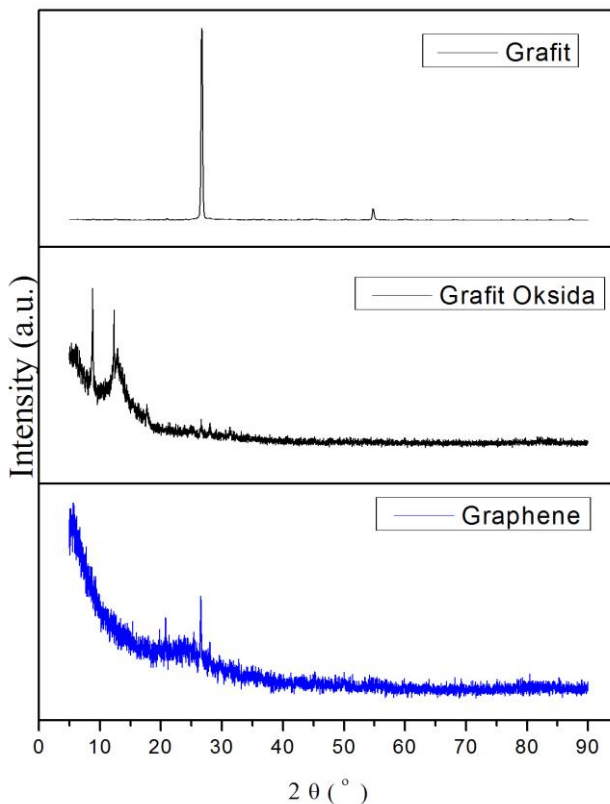


BAB IV

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

IV.1. Hasil Pengujian X-Ray Diffraction (XRD)

Pada penelitian ini menggunakan alat XRD Phillip Analytical dengan parameter sudut $2\theta = 5^\circ - 90^\circ$ dengan panjang gelombang $\text{Cu-K}\alpha$ 1.54060 Å.



Gambar 4.1. Perbandingan hasil XRD pada sampel grafit, grafit oksida, graphene.



X-Ray Diffraction merupakan karakterisasi material yang bertujuan untuk menunjukkan dan memastikan bahwa grafit, grafit oksida, dan graphene terbentuk pada specimen. Selain itu, dari pengujian ini dapat mengetahui perbedaan posisi puncak dari sampel yang mana mengindikasikan perubahan struktur dari material grafit hingga menjadi graphene.

Pada **Gambar 4.1.** menunjukkan hasil uji XRD pada material. Dari Gambar 4.1. terlihat perbedaan posisi puncak sampel. Pada grafit, $2\theta = 26.76^\circ$ dengan nilai d_{spacing} sebesar 3,33 Å (berdasarkan hukum Bragg di persamaan 3.1.) dengan intensitas yang tinggi dan bentuk puncak yang tajam, dengan kata lain grafit yang digunakan memiliki struktur yang kristalin dan kemurnian yang baik hal ini sesuai dengan pendapat Yoo pada tahun 2011, sifat kristalinitas grafit sangat baik karena semakin tinggi nilai intensitas XRD maka semakin baik sifat kristalinitas.

Setelah itu, dengan metoda Hummer, grafit akan mengalami proses oksidasi sehingga membentuk grafit oksida. Puncak peak grafit oksida menjadi berbeda dari sebelumnya. Dengan nilai $2\theta = 12.32^\circ$ dan $d_{\text{spacing}} = 7,18 \text{ Å}$, karakter grafit oksida menjadi berbeda, intensitasnya lebih rendah. Perubahan posisi puncak, nilai d_{spacing} dan intensitas dipengaruhi oleh gugus-gugus fungsional oksigen yang diakibatkan oleh proses oksidasi dalam material grafit. Hasil dari pengujian ini sesuai dengan hasil pengujian XRD oleh Vietanti (2015) yang menghasilkan puncak pada $2\theta = 11,67^\circ$

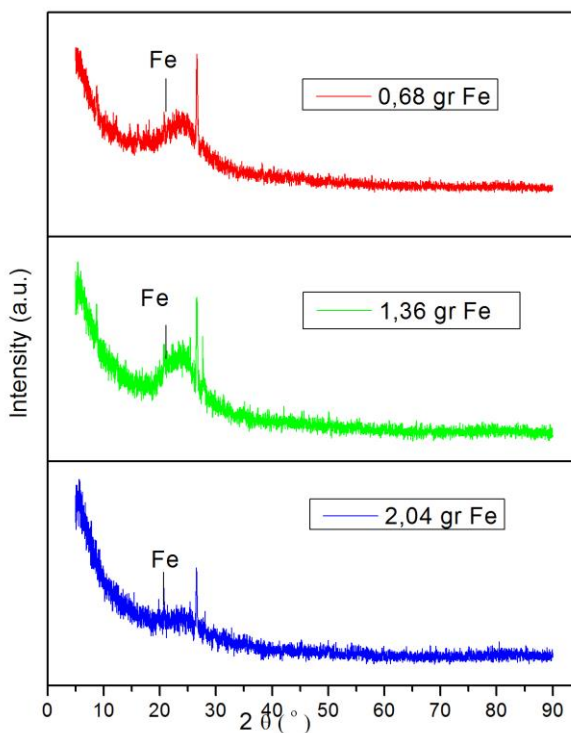
Selanjutnya, untuk mengubah grafit oksida menjadi graphene, membutuhkan bantuan reduktor dengan variasi massa 0,68 gram, 1,36 gram, dan 2,04 gram Fe. Salah satu hasilnya merupakan peak dengan nilai $2\theta = 26,62^\circ$ dan $d_{\text{spacing}} = 3,35 \text{ Å}$. Hasil tersebut sangat berbeda dengan grafit oksida yang memiliki intensitas yang lebih besar di banding graphene. Selain itu, karakter peak puncak yang lebar menunjukkan struktur yang amorfus pada graphene.



Tabel 4.1. Perbandingan hasil XRD dari grafit, grafit oksida, dan graphene

No	Sampel	Sudut Difraksi 2θ (o)	dspacing (Å)
1	Grafit	26,76	3,33
2	Grafit Oksida	12,32	7,18
3	Graphene (rGO)	26,62	3,35

Pengujian XRD dilakukan pada variasi massa reduktor



Gambar 4.2. Kurva hasil XRD pada graphene dengan variasi massa Fe 0,68 gr, 1,36 gr, dan 2,04 gr



Perhitungan jarak antar layer (d_{spacing}) yang ditunjukkan pada persamaan 3.1. juga digunakan untuk mengetahui nilai d_{spacing} pada variasi massa reduktor 0,68 gram, 1,36 gram, dan 2,04 gram Fe terhadap jarak antar layer *graphene*.

Gambar 4.2. Menunjukkan perbandingan peak dan intensitas pada masing – masing variasi massa Fe sebagai reduktor. Untuk massa 0,68 gram Fe, gambar menampilkan puncak difraksi $2\theta = 26,60^\circ$ dan $d_{\text{spacing}} = 3,351 \text{ \AA}$. Hal itu menunjukkan bahwa proses reduksi berhasil sehingga grafit oksida berubah menjadi *graphene* (Vietanti.2015.) Kemudian pada massa 1,36 gram Fe nilai yang dihasilkan adalah $2\theta = 26,57^\circ$ dan $d_{\text{spacing}} = 3,350 \text{ \AA}$. Nilai tersebut tidak berbeda jauh dengan variasi sebelumnya.

Terakhir, variasi massa 2,04 gram Fe, menunjukkan penurunan nilai pada jarak antara layer yang tidak berbeda jauh pada nilai sudut difraksi, $2\theta = 26,62^\circ$ dan $d_{\text{spacing}} = 3,349 \text{ \AA}$. Kesamaan pada hasil – hasil diatas merupakan hasil dari ketidaksempurnaan reduktor Fe mengubah sampel grafit oksida menjadi *graphene* - hal itu ditunjukan pada peak yang lain terdapat peak grafit pada hasil XRD *graphene*. Selain dari itu, dari ketiga hasil variasi massa tersebut, dapat disimpulkan bahwa penambahan massa Fe akan menghasilkan penurunan jarak antara layernya.

Tabel 4.2. Perbandingan hasil XRD dari Graphene 0,68 gram, 1,36 gram, dan 2,04 gram Fe

No	Sampel	Sudut Difraksi 2θ ($^\circ$)	d_{spacing} (\AA)
1	Graphene 0,68 Fe	26,60	3,351
2	Graphene 1,36 Fe	26,57	3,350
3	Graphene 2,04 Fe	26,62	3,349



IV.2. Hasil Pengujian Fourier Transform Infrared (FTIR)

Pengujian Fourier-Transform Infrared ini membantu untuk mengkarakterisasikan material yang berbentuk gugus fungsi selama proses pembuatan graphene, dari grafit menjadi graphene. Pengujian ini menggunakan mesin Nicolet IS10 dengan range panjang gelombang sebesar $500\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$. Pengujian FTIR dilakukan terhadap grafit, grafit oksida, dan Graphene dengan variasi massa reduktor Fe. **Gambar 4.3.** menampilkan spectrum IR dari sampel grafit, grafit oksida dan graphene. Dari gambar menunjukkan bahwa grafit memiliki spectrum IR yang rapih dan hanya menunjukkan peak ikatan C-O (Strech Alkoxy) dengan panjang gelombang 1033 cm^{-1} (Range panjang gelombang pada alkoxy adalah $1030\text{--}1150\text{ cm}^{-1}$)

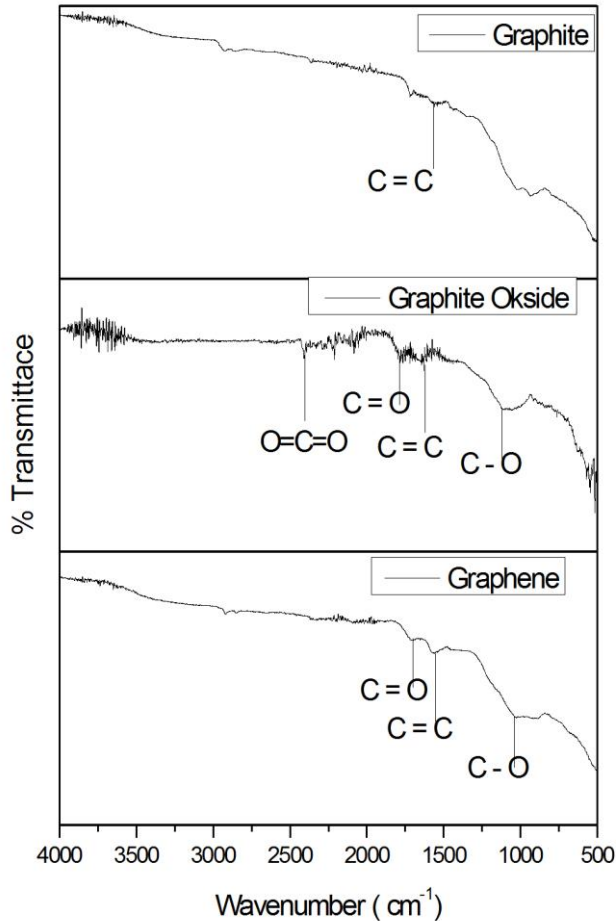
Setelah itu, grafit akan mengalami proses oksidasi yang membuat grafit menjadi grafit oksida. Hal tersebut terbukti dengan adanya beberapa ikatan yang menunjukan karakter sampel yang sesuai dengan karakter pada grafit oksida umumnya. Misalkan pada ikatan dengan panjang gelombang alkoxy, nilai panjang gelombang di sampel pada ikatan C-O pada panjang gelombang 1045 cm^{-1} , ikatan C=C (Aromatic) dengan panjang gelombang 1541 cm^{-1} range panjang gelombang pada Aromatic adalah $1400\text{--}1600\text{ cm}^{-1}$, ikatan C=O (Carbonyl) dengan panjang gelombang 1685 cm^{-1} (Range panjang gelombang pada carbonyl adalah $1670\text{--}1820\text{ cm}^{-1}$) dan ikatan selain peak tersebut pada grafit oksida muncul peak pada panjang gelombang 2362 cm^{-1} yang dapat diidentifikasi sebagai gas CO_2 ($\text{O}=\text{C}=\text{O}$) yang berikatan diantara kisi grafit oksida. Gugus ini bukan merupakan komponen dari graphene, namun gas CO_2 dari lingkungan yang menempel pada permukaan graphene. (Tianman. 2011)

Saat dilakukan proses reduksi dan juga *exfoliated* pada grafit oksida akan menghilangkan ikatan-ikatan O-H sehingga tidak terlihat lagi pada spectrum *graphene* melainkan gugus fungsi ikatan C=C (Aromatic). Selain itu, pada rGO tidak lagi menunjukkan absorbansi pada panjang gelombang yang merupakan gugus ikatan CO_2 ($\text{O}=\text{C}=\text{O}$) dan O-H. Hal ini

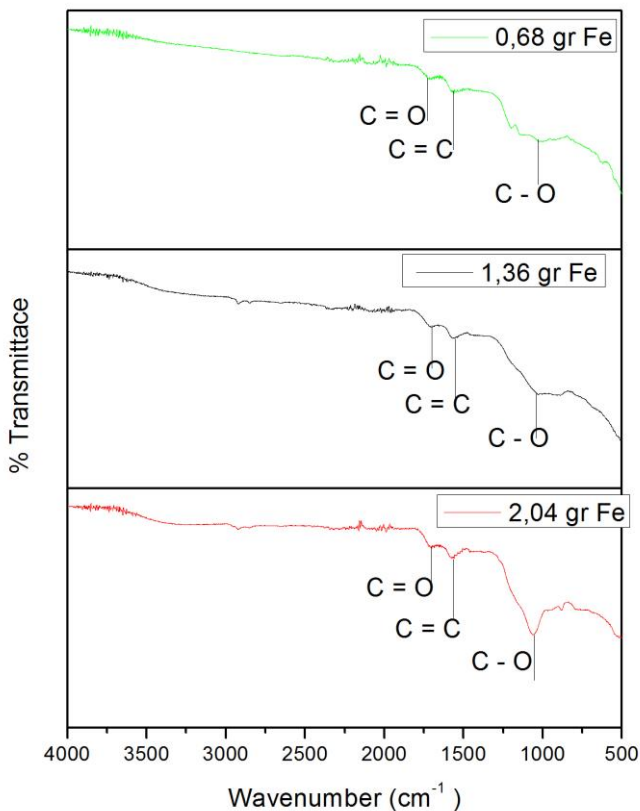
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



menunjukkan bahwa sintesis rGO telah berhasil menghilangkan ikatan O-H dan juga CO₂ yang terperangkap (Socrates. 2001).



Gambar 4.3. Pola Spektrum Grafit, Grafit Oksida, Graphene



Gambar 4.4 Pola Spektrum graphene dengan variasi massa 0,68, 1,36, dan 2,04 gram Fe

Setelah mengetahui bahwa proses reduksi berhasil, lalu percobaan dilakukan untuk mengetahui pengaruh variasi massa pada gugus fungsi graphene. Pada variasi massa 0,68 gram Fe, ikatan gugus C – O terdapat pada 1030 cm^{-1} , lalu C=O pada 1723 cm^{-1} , dan ikatan C=C terdapat pada 1575 cm^{-1} . Pada variasi massa 1,36 gram Fe, ikatan gugus C – O terdapat pada 1036 cm^{-1} , lalu

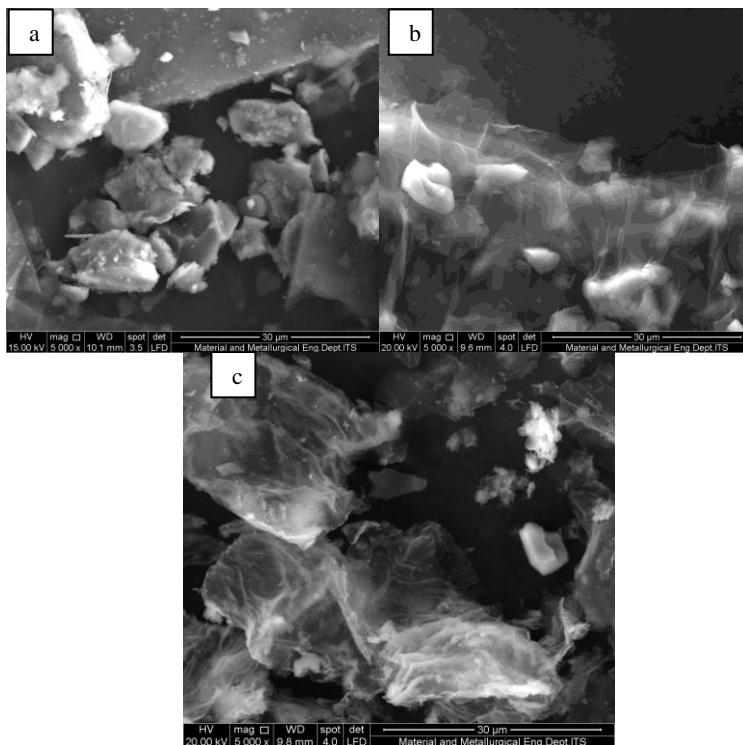
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



C=O pada 1707 cm^{-1} , dan ikatan C=C terdapat pada 1568 cm^{-1} . Pada variasi massa 2,04 gram Fe, ikatan gugus C – O terdapat pada 1061 cm^{-1} , lalu C=O pada 1704 cm^{-1} , dan ikatan C=C terdapat pada 1559 cm^{-1} .

IV.3. Scanning Electron Microscope (SEM)

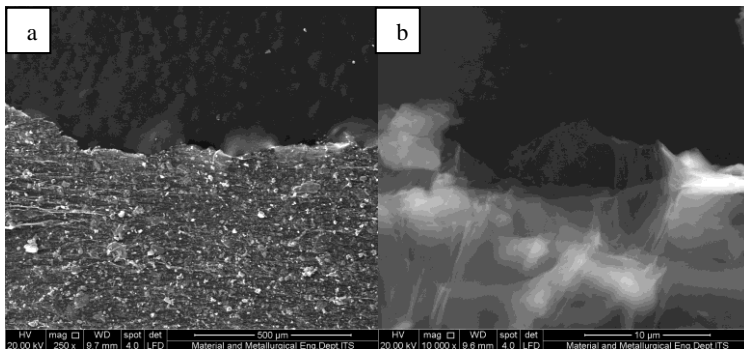
Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM) bertujuan untuk mengetahui morfologi *graphene*. Alat yang digunakan dalam pengujian SEM yaitu INSPECT S5.



Gambar 4.5 Hasil SEM 5.000x (a)grafit, (b)grafit oksida, dan (c) graphene



Terlihat pada **Gambar 4.5.** bahwa grafit memiliki morfologi dengan bentuk flakes. Grafit memiliki partikel yang kecil dan tidak teratur. Namun, keadaan ini berbeda ketika grafit mengalami hummer method yang mengubah grafit menjadi grafit oksida. Pada grafit oksida, morfologinya seperti lembaran – lembaran berlapis sehingga tersusun lebih rapih dibandingkan grafit. Kemudian, grafit oksida dirubah menjadi graphene dengan bantuan reduktor Ferrous sehingga terbentuklah morfologi yang lebih tipis dan terlihat *single layer* yang baik dalam menghantarkan elektron (Zhang. 2015)

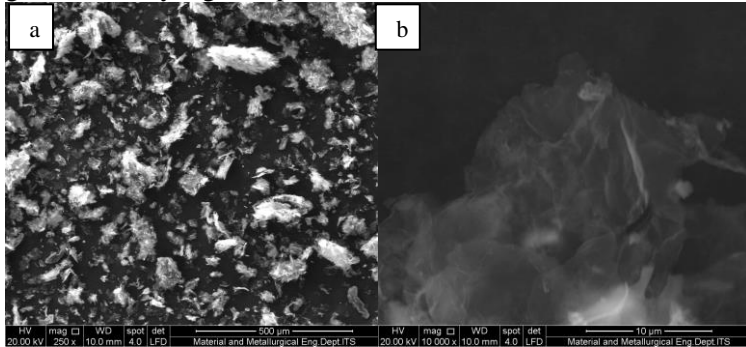


Gambar 4.6 Hasil SEM Grafit Oksida (a)250x (d)10000x

Pada **Gambar4.6.(a)** Terlihat pola persebaran lapisan grafit oksida dan struktur berlapisnya. Lapisan yang berada di bagian tengah sampel memiliki jumlah lapisan yang lebih banyak dibandingkan dengan jumlah lapisan yang berada di pinggir sampel. Hal ini diperkuat dengan gambar pada perbesaran 10000x. **Gambar 4.6. (b)** diambil pada bagian tepi dari sampel uji. Terlihat bahwa lapisan – lapisan yang menyusun grafit oksida menumpuk di dan sedikit berlipat pada bagian ujung. Selain itu, terdapat bagian – bagian yang bercahaya pada gambar. Hal

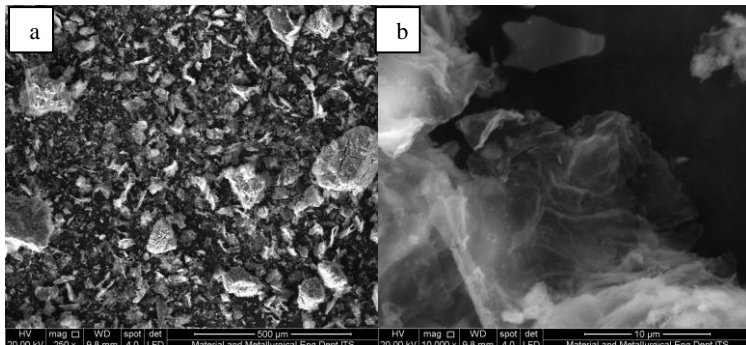


tersebut mungkin dikarenakan perbedaan ketinggian pada lapisan grafit oksida yang tercipta.



Gambar 4.7. Hasil SEM Graphene 0,68 gr Fe (a) 250x (b) 10000x

Pada **Gambar 4.7.** terlihat bagaimana susunan graphene dan lapisan *single layer* yang membentuknya. Pada perbesaran 250x – **Gambar 4.7. (a)**, *graphene* dengan reduktor 0,68 gram Fe berubah menjadi lapisan yang beberapa bagiannya tersebar. Pada **Gambar 4.7. (b)** susunannya terlihat seperti satu lapisan tipis pada perbesaran 10000x. Terlihat juga lapisan tersebut tidak menggulung atau menumpuk seperti grafit oksida

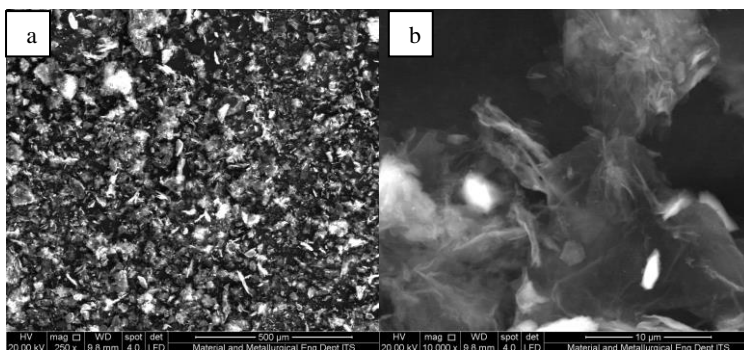


Gambar 4.8. Hasil SEM Graphene 1,36 gr Fe (a) 250x (b) 10000x

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

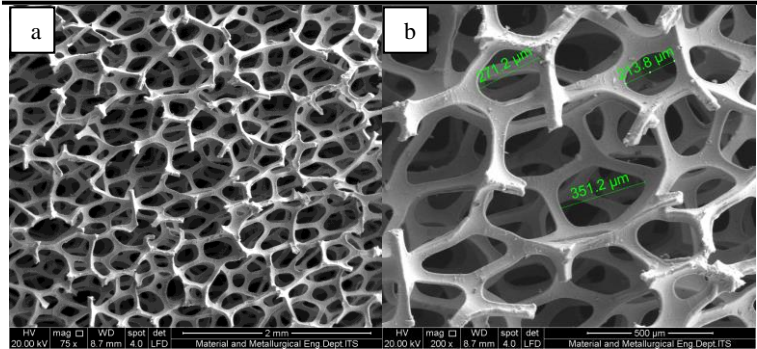


Pada **Gambar 4.8.** terlihat bagaimana susunan graphene dan lapisan *single layer* yang membentuknya. Pada perbesaran 250x, graphene dengan reduktor 1,36 gram Fe berubah menjadi tersebar. Hal tersebut hampir mirip dengan lapisan pada graphene dengan massa reduktor 0,68 gram Fe. Namun, jika gambar tersebut diperbesar, terlihat bahwa susunannya seperti satu lapisan tipis pada perbesaran 10000x. Perbedaannya dengan reduktor sebelumnya adalah pada susunannya. Pada 0,68 gram Fe, susunannya terlihat lebih rapih dan lebih tipis dibandingkan 1,36 gram Fe akan tetapi masih tergolong dalam *single layer*.



Gambar 4.9. Hasil SEM Graphene 2,04 gr Fe (a) 250x (b) 10000x

Pada **Gambar 4.9.**, pada perbesaran 250x, ukuran graphene yang dihasilkan lebih homogen dibandingkan dengan variasi massa 0,68 gram Fe dan 1,36 gram Fe. Selain itu, jika perbesaran ditingkatkan perbesarannya menjadi 10000x, akan terlihat morfologi graphene yang *single layer*. Di bagian tertentu juga terlihat bahwa lapisan graphene menggulung dan bertumpuk membentuk lapisan. Selain itu, melihat morfologi sebelumnya, pada gambar ini terlihat bagian yang bercahaya. Kemungkinan, bagian tersebut adalah Fe yang masih ikut didalam graphene karena banyaknya Fe yang tidak larut sebagai reduktor.



Gambar 4.10 Hasil SEM Nickel Foam (a)75x (b)200x

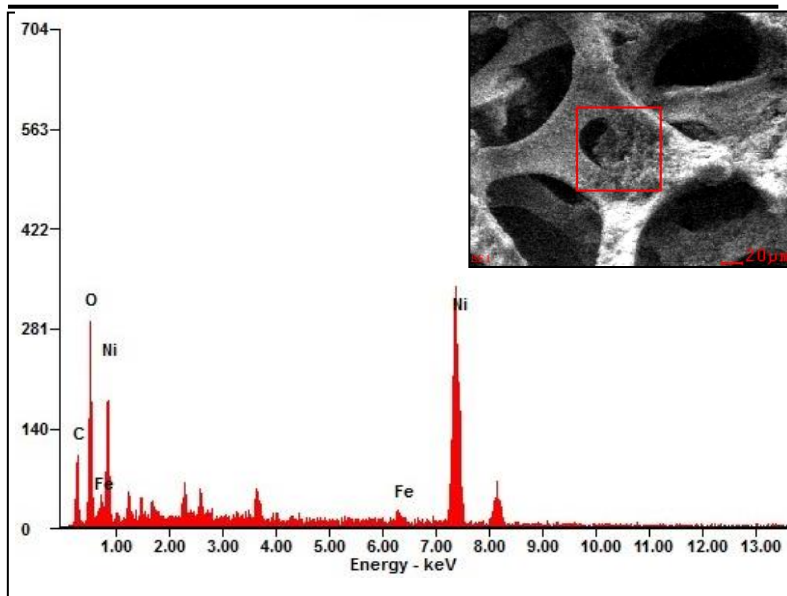
Pada **Gambar 4.11**, terlihat bentuk dan ukuran Nickel Foam. **Gambar 4.11. (a)** Terlihat nickel foam secara umum, nickel foam berbentuk heksagonal dengan rongga di tengahnya. Rongga pada *Nickel Foam* tersebutlah yang diharapkan diisi dengan material graphene. **Gambar 4.11. (b)** Menampilkan ukuran rongganya, dengan ukuran terkecil diagonal pada nickel foam adalah 213,8 micrometer dan ukuran terbesarnya adalah 351,2 micrometer

IV.3.1 Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)

Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui persentase unsur dan morfologi pada material uji, khususnya pada nickel foam yang didepositkan. Alat yang digunakan dalam pengujian SEM - EDS yaitu INSPECT S5, alat yang sama dengan pengujian *Scanning Electron Microscope*. Pada nickel foam yang diuji, diharapkan mengetahui unsur apa saja yang sudah didepositkan *graphene*. Sehingga, mengetahui pengaruh variasi massa reduktor (0,68 gram, 1,36 gram, dan 2,04 gram) pada graphene yang terbentuk. Selain itu, mengetahui berapa persentase massa Ferrous yang akan ikut terbaca pada material graphene karena akan mempengaruhi sifat konduktifitas dan nilai kapasitansi pada material.



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI - ITS



Gambar 4.11. Hasil SEM-EDX Graphene 0,68 gram Fe

Selain gambar, pengujian EDS dapat menampilkan persentase berat pada spot material uji.

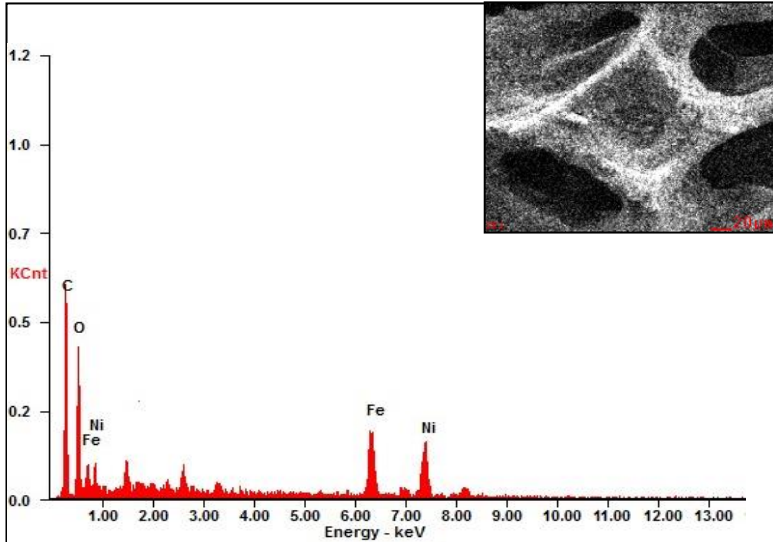
Tabel 4.3 Data Hasil unsur pada EDS

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	09.12	23.45
<i>OK</i>	15.79	30.49
<i>FeK</i>	13,1	13,09
<i>NiK</i>	62.00	32.62
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF

Pada hasil diatas menunjukan bahwa unsur yang mendominasi pada material setelah graphene di depositkan ke



nickel foam adalah Fe dan Ni. Khususnya pada variasi massa 0,68 gram Fe, persentase Fe 13,1% dengan nilai 13,0% dari massa.



Gambar 4.12. Hasil SEM-EDX Graphene 1,36 gram Fe

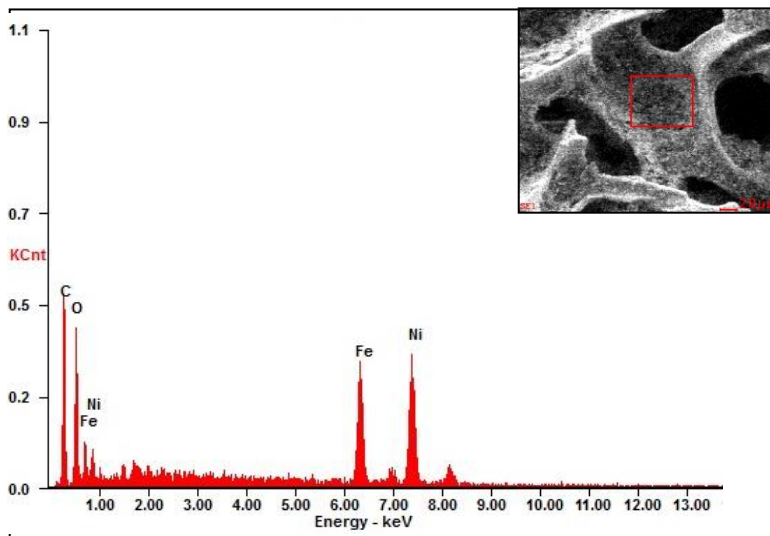
Pada hasil diatas menunjukan bahwa unsur yang mendominasi pada material setelah graphene di depositkan ke nickel foam adalah Fe dan Ni. Khususnya pada variasi massa 1,36 gram Fe, persentase Fe 6,52% dengan nilai 17,59% dari massa.

Tabel 4.4 Data Hasil unsur pada EDS

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	29.69	51.19
<i>OK</i>	21.89	28.34
<i>FeK</i>	24,33	12.41
<i>NiK</i>	23.85	08.06
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF



Terlihat perbedaan persenates Fe jika dibandingkan dengan nilai **Tabel 4.3.** yaitu, nilai persentase massa unsur Fe lebih meningkat.



Gambar 4.13. Hasil SEM-EDAX Graphene 2,04 gram Fe

Pada massa reduktor 2,04 gram Fe, terlihat kenaikan nilai persentase unsur Ferrous (Fe) dari variasi sebelumnya, 0,68 gram Fe dan 1,36 gram. Dibuktikan pada **Tabel 4.5.**

Tabel 4.5 Data Hasil unsur pada EDS

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	23.24	47.98
<i>OK</i>	15.03	23.29
<i>FeK</i>	24.33	12.93
<i>NiK</i>	37.40	15.80
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF



Pada hasil diatas menunjukan bahwa unsur yang mendominasi pada material setelah graphene di depositkan ke nickel foam adalah Fe dan Ni. Khususnya pada variasi massa 2,04 gram Fe, persentase Fe 8,65% dengan nilai 19,47% dari massa.

IV. Hasil Pengujian *Four Point Probe* (FPP)

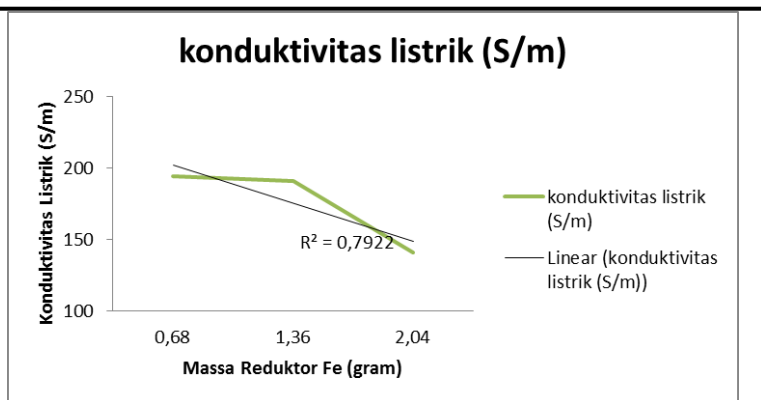
Setelah mengetahui karakteristik dari graphene, lalu dilakukan pengujian *performance* dari material tersebut. Salah satunya dengan pengujian *Four Point Probe* (FPP.) Pengujian dilakukan dengan menggunakan sumber tegangan Input 3 V pada power supply dan menggunakan arus DC dengan rentang 3.4 – 3.6 mA. Hasil pengujian diperlihatkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6. Data Hasil Pengujian Four Point Probe pada variasi massa reduktor Fe.

No.	Massa Fe (gr)	Hambatan (Ω)	Resistansi (Ω/cm)	Konduktifitas (S/m)
1	0,68	28,43267	0,515316	194,14
2	1,36	29,13629	0,528004	191,15
3	2,04	39,41912	0,714436	140,99

Perhitungan konduktifitas listrik dilakukan menggunakan persamaan 3.4 dan 3.5. dengan tebal material 0,004 centimeter. Berdasarkan tabel, dapat diketahui perbandingan konduktivitas dari material yang memiliki reduktor Fe 0,68, 1,36. Dan 2,04 gram. Graphene yang reduktor nya 0,68 gram Fe memiliki konduktifitas sebesar 194.14 S/m. Sedangkan, graphene dengan massa reduktor 1,36 gram Fe memiliki konduktifitas sebesar 191,15 S/m. Terakhir, pada massa reduktor 2,04 gram Fe, Graphene memiliki konduktifitas sebesar 140,99 S/m.

Dari hasil ini, dapat disimpulkan bahwa penambahan massa reduktor akan menurunkan nilai konduktifitas listrik pada graphene. Dengan pengolahan data, dapat dilihat pada **Gambar 4.12.** yang menunjukan trendline yang menurun.



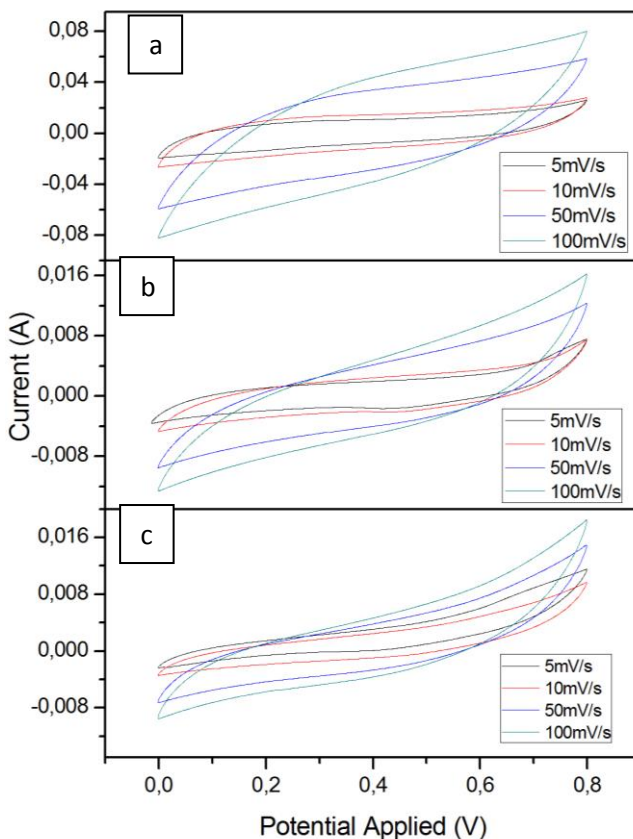
Gambar 4.14. Menunjukkan pengaruh massa reduktor terhadap nilai konduktifitas listrik pada graphene.

Namun, penurunan dari variasi massa 0,68 gram dan 1,36 gram nilainya tidak sama dengan penurunan dari 1,36 gram dan 2,04 gram, melainkan lebih besar nilai penurunannya. Akan tetapi, secara umum dapat disimpulkan bahwa penambahan massa reduktor Ferrous dalam pembuatan *graphene* akan menurunkan sifat konduktifitas listrik pada material. Hasil ini berbeda jauh dengan hasil yang didapatkan oleh Chua pada tahun 2014 yang mendapatkan nilai konduktifitas sebesar 2300 S/m. Hal ini mungkin karena perbedaan metoda pembuatan grafit oksida dan spesifikasi unsur Fe yang digunakan. Selain itu, pada metoda yang digunakan Chua dalam mereduksi adalah dengan membungkus partiker Ferrous dengan lembaran *graphene oxide*, sehingga menyebabkan terjadinya daya tarik antara Fe^{2+} pada permukaan Ferrous dan secara negative mengisi *graphene oxide*. Karena semakin dekat daerah kontak maka semakin memfasilitasi perpindahan electron dari Fe/Fe^{2+} menjadi secara negative mengisi lembaran *graphene oxide* (Chua.2014)



IV.5. Hasil Pengujian *Cyclic Voltammetry*

Pengujian *Cyclic Voltammetry* (CV) dilakukan pada sampel elektroda *Nickel Foam – Graphene*. Dengan variasi massa reduktor adalah 0,68 gram Fe, 1,36 gram Fe, dan 2,04 gram Fe. Tujuan dari pengujian ini adalah untuk mengetahui nilai kapasitansi spesifik dari graphene dengan media *nickel foam*.



Gambar 4.15. Hasil uji CV grafik I vs E sampel elektroda Nickel – Graphene (a) 0,68 gram (b) 1,36 gram, dan (c) 2,04 gram Fe

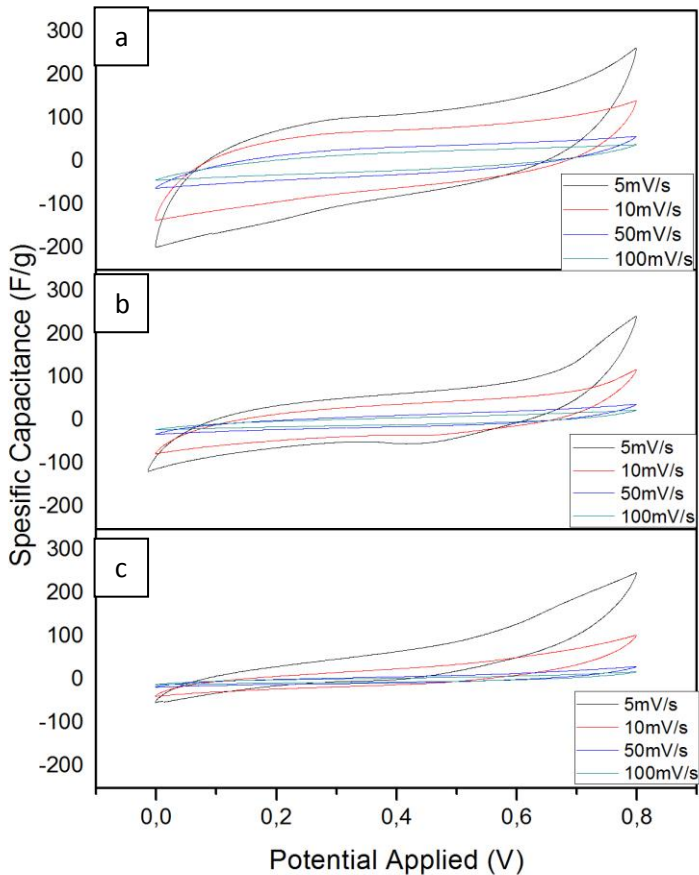


Alat yang digunakan adalah AUTOLAB PG STAT 302 METHROM di Departemen Teknik Material FTI-ITS dengan reference electrode Ag/AgCl dan counter electrode Pt 99.999%.

Terlihat pada **Gambar 4.13. (a)** hasil pengujian CV pada reduktor 0,68 gram Fe. Dari gambar menunjukkan perbedaan luas area dari grafik uji. Dengan bentuk yang mendekati rectangular / persegi panjang yang menandakan sifat EDLC. Semakin besar *scan rate* yang dilakukan maka luas area semakin besar juga. Untuk mendapatkan nilai kapasitansi digunakan **persamaan 3.6.** dengan bantuan software origin yang nantinya akan dibandingkan setiap nilai kapasitansi terhadap *scan rate*. Dengan nilai Specific Capacitancy terbesar adalah 172,015 (F/g) pada *scan rate* 0,005 V/s. Selain itu, Nilai Specific Capacitancy terkecil adalah 35,531 (F/g.) saat *scan rate* 0,1 V/s

Terlihat pada **Gambar 4.13.** hasil pengujian CV pada reduktor 0,68 gram Fe. Dari gambar menunjukkan perbedaan luas area dari grafik uji yang lebih kecil dengan massa reduktor 0,68 gram Ferrous. Semakin besar *scan rate* yang dilakukan maka luas area semakin besar pula. Dengan nilai *Specific Capacitancy* terbesar adalah 111,4 (F/g) pada *scan rate* 0,005 V/s. Selain itu, Nilai *Specific Capacitancy* terkecil adalah 16,499 (F/g.) saat *scan rate* 0,1 V/s

Terlihat pada **Gambar 4.13.** hasil pengujian CV pada reduktor 1,36 gram Fe. Dari gambar menunjukkan perbedaan luas area dari grafik uji yang semakin kecil dibandingkan luas area dari dua massa reduktor sebelumnya. Semakin besar *scan rate* yang dilakukan maka luas area semakin besar juga. Dengan nilai *Specific Capacitancy* terbesar adalah 104,917 (F/g) pada *scan rate* 0,005 V/s. Selain itu, Nilai *Specific Capacitancy* terkecil adalah 10,032 (F/g.) saat *scan rate* 0,1 V/s



Gambar 4.16. Hasil uji CV grafik C vs E sampel elektroda Nickel – Graphene (a) 0,68 gram (b) 1,36 gram, dan (c) 2,04 gram Fe

Gambar 4.16. menunjukan grafik antara specific capacitancy (F/g) dan *Potential Applied* (V/s.).



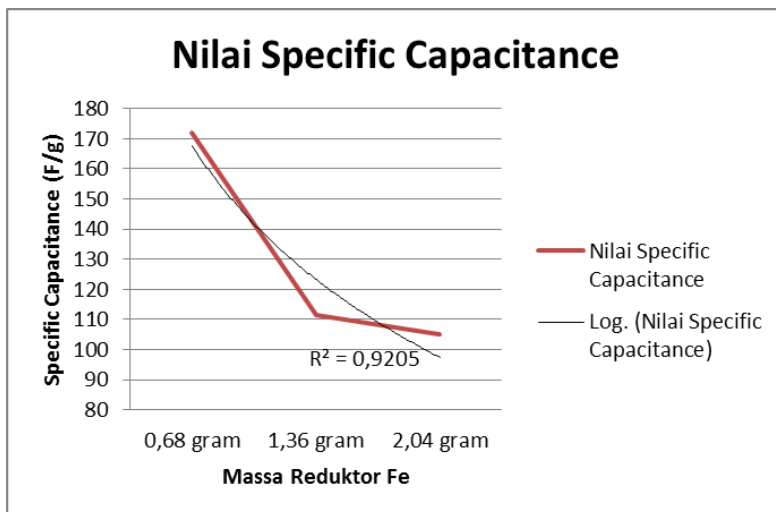
Data dari grafik diatas dapat dikembangkan dalam bentuk **Tabel 4.7.** hasil kapasitansi dan *scan rate*. Data tersebut berdasarkan penggunaan elektrolit netral dari Na_2SO_4 pada potensial kerja 0 – 0,8 V dan menghasilkan gundukan (hump) pada gambar (b) yang merupakan indicator terjadinya reaksi redoks atau efek *pseudocapacitance*. Adapun yang terjadi dalam pengujian yaitu pembentukan *double capacitor*. Selain itu, tujuan diberlakukannya scan rate yang berbeda – beda adalah untuk mengetahui pengaruh scan rate terhadap nilai kapasitansi yang didapatkan. Pada scan rate 0,01 V/s, terjadi penurunan nilai kapasitansi seiring dengan penambahan massa Fe. Penurunan nilai terjadi dari 112,450 (F/g) hingga mencapai 46,071 (F/g.) Sama halnya dengan scan rate 0,05 V/s. dari kapasitansi 51,985 (F/g) hingga 15,777 F/g.

Tabel 4.7 Data Hasil Pengujian CV pada variasi massa reduktor Fe.

Spesimen	Scan Rate (V/s)	C (F/g)
0,68 gram Fe	0,005	172,015
	0,01	112,450
	0,05	51,985
	0,1	35,531
1,36 gram Fe	0,005	111,400
	0,01	64,982
	0,05	25,411
	0,1	16,499
2,04 gram Fe	0,005	104,917
	0,01	46,071
	0,05	15,777
	0,1	10,032

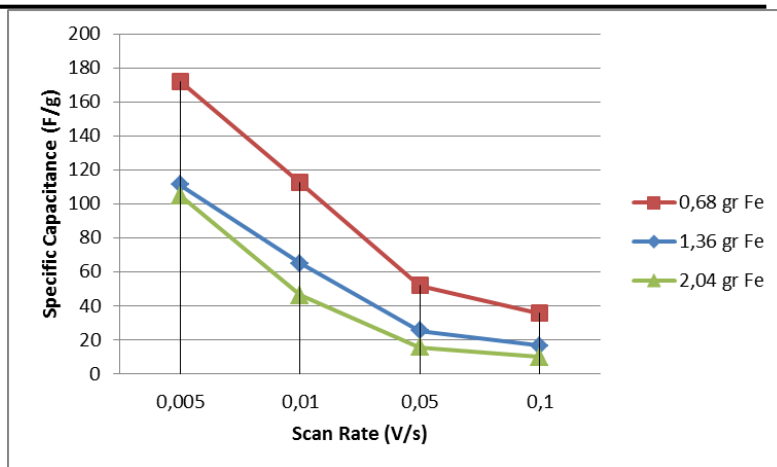


Pada scan rate 0,1 V/s, nilai penurunan kapasitansi yang terjadi seiring dengan penambahan massa reduktor adalah 35,531 pada penambahan 0,68 gram Ferrous, 16,499 F/g Ferrous pada penambahan 1,36 gram Ferrous, dan 10,032 F/g pada penambahan 2,04 gram Ferrous. Jika data tersebut dibandingkan dalam bentuk grafik pada nilai scan rate 0,005V/s akan dihasilkan hubungan yang sesuai dengan **Gambar 4.15**.



Gambar 4.17. Hubungan Specific Capacitance (F/g.) dan Massa Reduktor (gram)

Pada Gambar 4.17. terlihat terjadi penurunan nilai seiring dengan penambahan massa reduktor pada *scan rate* 0,005 V/s. Selain itu, jika masing – masing nilai *scan rate* dibandingkan berdasarkan massa reduktor akan diperoleh hubungan antaranya sesuai dengan **Gambar 4.17**. Penurunan nilai tersebut sesuai dengan jurnal Fan.2011 yang menyebutkan bahwa unsur Ferrous akan membuat material graphene mengerut sehingga dapat merusak struktur graphene dan menurunkan nilai kapasitansi.



Gambar 4.18. Hubungan Specific Capacitance (F/g.) dan Scan Rate (V/s)

Di lain sisi, berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Suwandana pada tahun 2014, dengan melakukan reduksi grafit oksida menggunakan Zinc, menghasilkan nilai kapasitansi sebesar 90,623 F/gram pada massa reduktor 0,8 gram. Penambahan massa Zinc juga membuat nilai kapasitansi material graphene menurun. Jika dibandingkan dengan penelitian tersebut, penelitian ini sama-sama memiliki tren yang menurun, akan tetapi nilai kapasitansi dengan reduktor Ferrous lebih besar dibandingkan dengan Zinc.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Penelitian ini telah berhasil mereduksi grafit oksida menjadi rGO dengan menggunakan reduktor *ferrous* (Fe) dengan variasi massa reduktor 0,68 gram, 1,36 gram, dan 2,04. Sehingga dapat disimpulkan bahwa

1. Struktur *graphene* yang terbentuk dari reduksi grafit oksida adalah amorfus dengan nilai $d_{\text{spacing}} = 3,351 \text{ \AA}$ untuk 0,68 gram Fe, $3,350 \text{ \AA}$ untuk 1,36 gram Fe, dan $3,349 \text{ \AA}$ untuk 2,04 gram Fe. Selain itu, morfologi yang terbentuk merupakan morfologi *single layer*.
2. Berdasarkan pengujian *Four Point Probe* dan *Cyclic Voltametry*, terlihat penurunan nilai sifat konduktifitas dan kapasitansi seiring dengan penambahan massa reduktor. Nilai konduktifitas dan kapasitansinya adalah 194,14 S/m dan 172,015 F/g untuk 0,68 gram Fe, 191,15 S/m dan 111,4 F/g untuk 1,36 gram Fe, dan 140,99 S/m dan 104,917 F/g untuk 2,04 gram Fe.

5.2 Saran

Beberapa saran yang dapat diperhatikan untuk penelitian selanjutnya adalah:

1. Dapat dilakukan penelitian dengan variasi atau parameter lain.
2. Penggunaan larutan suasana dalam pereduksian sebaiknya dipilih dengan baik.
3. *Manufacture* Supercapacitor untuk diaplikasikan secara luas.

DAFTAR PUSTAKA

An, Kay Hyeok. 2001. **Electrochemical Properties Of High-Power Supercapacitors Using Single-Walled Carbon nanotube Electrodes**. *Advanced Functional Materials* Vol 11 Hal 387-392

Andrameda, Yurian Ariandi. 2017. **Analisis Pengaruh Doping Boron Terhadap Sifat Kapasitif Material Graphene Untuk Aplikasi Superkapasitor**. Surabaya. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Conway, B.E. 1999. **Electrochemical Supercapacitors. Scientific Fundamentals and Technological Applications**. New York, U.S.A: Kluwer Academics/Plenum Publishers.

Huynh Ngoc Tien, Van Hoang Luan, Tae Kyu Lee, Byung -Seon Kong, Jin Suk Chung, Eui Jung Kim, dan Seung Hyun Hur. September 2012. **“Enhanced solvothermal reduction of graphene oxide in a mixed solution of sulfuric acid and organic solvent”**. *Chemical Engineering Journal* 211-212: 97-103

KEMET Co. Ltd. 2013. **Introduction To Capacitor Technologies, what is capacitor**. Simpsonville: South Carolina, US.

Murata America Co. Ltd. 2013. *“High Performance Electrical Double Layer Capacitor.” Smyrna: Murata Electronics*

Novoselov, K.S., A.K., Geim, S.V., Morozov, D., Jiang, M.I., Katsnelson, I.V., Grigorieva, S.V., Dubonos, dan A.A.,

Safitri, Diah Ayu. 2017. **Analisa Pengaruh Doping Nitrogen Terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Berbahan Graphene**. Surabaya. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Su, Hui, Zhibin Ye, Nuri Hmidi. 2017. **High-performance iron oxide –graphene oxide nanocomposite adsorbent for arsenic removal**. Laurentian University

Suwandana, Faiz Rahman. 2015. **Analisis Pengaruh Massa Reduktor Zinc terhadap Sifat Kapasitif Superkapasitor Material Graphene**. Surabaya. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Vietanti, Frizka. 2016. **Analisis Pengaruh Massa Zinc**

Pada Sintesis Material Elektrokatalis Berbahan PdAu/Graphene Terhadap Unjuk Kerja Direct Methanol Fuel Cell. Surabaya. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Warner, M., Botello-Méndez, A. R., Campos-Delgado, J., López-Urías, F., Vega-Cantú, Y. I., Rodríguez-Macías, F. J., ... & Terrones, H. 2006. "Graphene and graphite nanoribbons: Morphology, properties, synthesis, defects and applications". *Nano Today*, 5(4), 351-372.

Wu, Z., Liu, X., & Yin, Y. 2017. "Highly nitrogen-doped graphene anchored with Co₃O₄ nanoparticles as supercapacitor electrode with enhanced electrochemical performance". *Synthetic Metals*, 223, 145-152

W. Yu, H. Xie, X. Wang and X. Wang, **Significant thermal conductivity enhancement for nano uids containing graphene nanosheets**, *Phys. Lett. A*, 2011, 375(10), 1323– 1328.

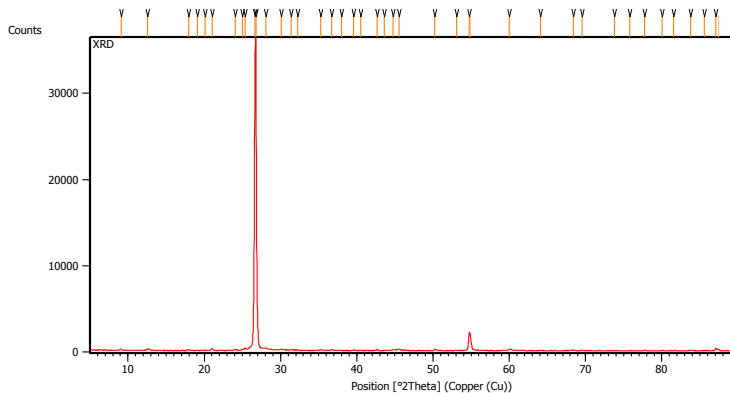
ZHANG , Yan, WANG, Qin YE , Wei-chun, LI, Jia-jia, WANG, Chun-ming.2015. **Pd micro-nanoparticles electrodeposited on graphene/polyimide membrane for electrocatalytic oxidation of formic acid.** Volume 25,9. Halaman 2986-2993

Zhen, Zhen Hongwei Zhu. 2018. **Structure and Properties of Graphene.** Tsinghua University



LAMPIRAN

XRD Grafit



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
9.0838	77.16	9.73552	0.22
12.5894	180.00	7.03139	0.52
17.9721	100.40	4.93576	0.29
19.1068	51.50	4.64512	0.15
20.0945	61.52	4.41899	0.18
21.0209	232.95	4.22628	0.68
24.0743	106.33	3.69672	0.31
24.9717	150.99	3.56587	0.44
25.3141	278.96	3.51841	0.81
26.6309	31574.51	3.34735	91.87
26.7662	34368.09	3.33075	100.00
28.0879	292.04	3.17694	0.85
30.0739	126.57	2.97152	0.37
31.3646	93.49	2.85212	0.27
32.2368	56.69	2.77692	0.16
35.2381	96.87	2.54698	0.28
36.7223	116.57	2.44737	0.34



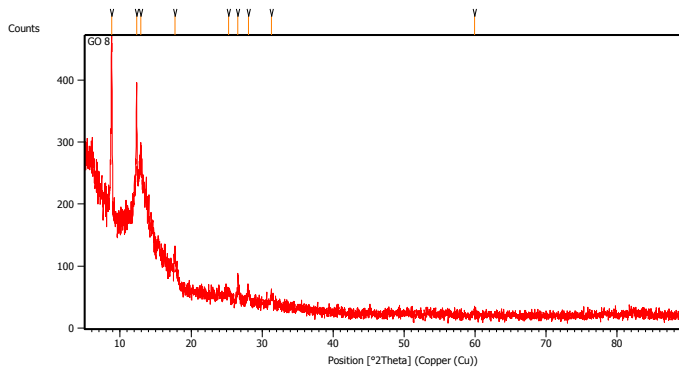
Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI - ITS

37.9626	33.66	2.37022	0.10
39.5586	71.19	2.27820	0.21
40.5027	35.46	2.22725	0.10
42.6817	113.63	2.11845	0.33
43.6304	27.74	2.07456	0.08
44.7815	133.58	2.02388	0.39
45.5535	168.62	1.99136	0.49
50.2162	153.07	1.81684	0.45
53.0757	24.26	1.72551	0.07
54.7517	2102.44	1.67520	6.12
54.8880	1806.72	1.67551	5.26
60.0249	162.41	1.54002	0.47
64.0796	23.42	1.45200	0.07
68.3654	97.13	1.37104	0.28
69.5825	33.66	1.35001	0.10
73.7582	10.67	1.28356	0.03
75.8126	30.99	1.25380	0.09
77.7749	56.82	1.22700	0.17
80.0747	37.39	1.19744	0.11
81.5215	34.14	1.17981	0.10
83.7547	63.29	1.15394	0.18
85.5896	31.95	1.13384	0.09
87.1049	276.31	1.11797	0.80
87.4384	150.33	1.11733	0.44



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI - ITS

XRD Grafit Oksida

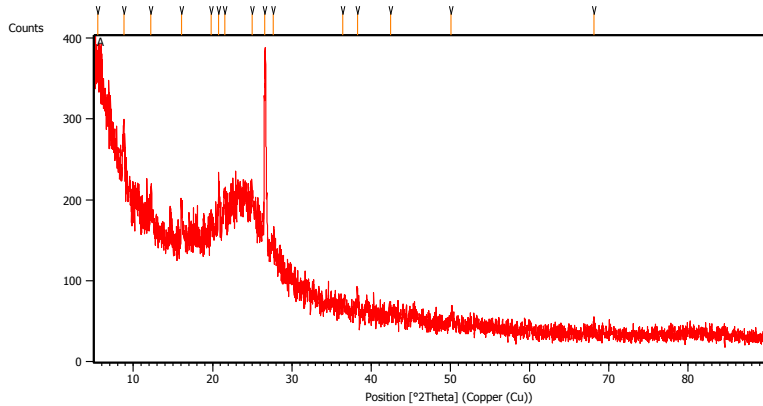


Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
8.8010	286.54	10.04764	100.00
12.3249	222.88	7.18167	77.78
12.8845	103.07	6.87098	35.97
17.7550	36.60	4.99563	12.77
25.2467	10.40	3.52766	3.63
26.6073	33.86	3.35027	11.82
28.0503	23.12	3.18112	8.07
31.3288	15.34	2.85530	5.35
59.9413	4.95	1.54324	1.73



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI - ITS

XRD rGO 0,68 gram Fe

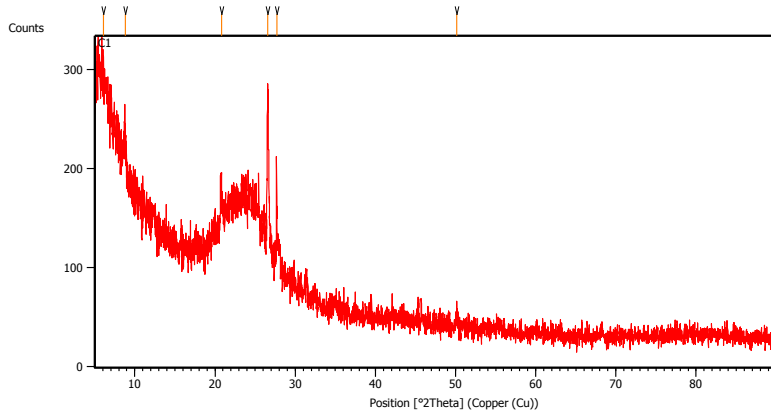


Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]
5.4917	60.26	0.8029	16.09269
8.7846	45.58	0.2007	10.06638
12.2222	18.59	0.8029	7.24181
16.0661	45.45	0.1004	5.51677
19.8147	18.26	0.2342	4.48075
20.7581	52.19	0.1338	4.27918
21.5305	26.80	0.2676	4.12739
24.9656	36.64	0.2342	3.56674
26.6027	221.62	0.2007	3.35084
27.6809	17.20	0.4015	3.22273
36.3893	4.90	0.8029	2.46901
38.3134	13.76	0.2676	2.34932
42.4437	16.90	0.2342	2.12978
50.0885	12.12	0.4015	1.82118
68.1331	10.03	0.4015	1.37629



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI - ITS

XRD rGO 1,36 gram Fe

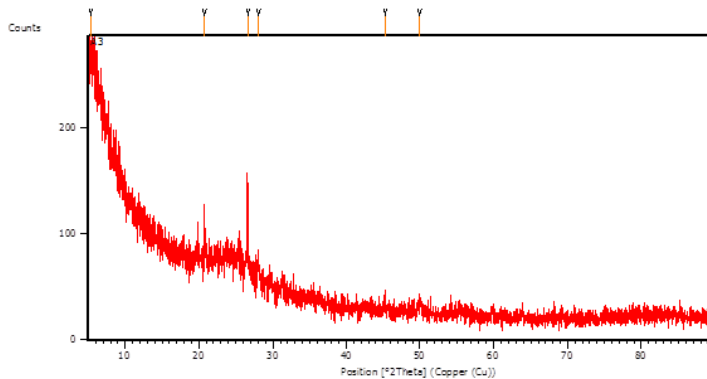


Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]
6.0777	120.33	0.9368	14.54236
8.7918	69.16	0.2676	10.05825
20.8134	41.03	0.2007	4.26794
26.5732	152.23	0.2007	3.35449
27.7004	59.90	0.2007	3.22050
50.1537	9.86	0.4015	1.81896



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI - ITS

XRD rGO 2,04 gram Fe

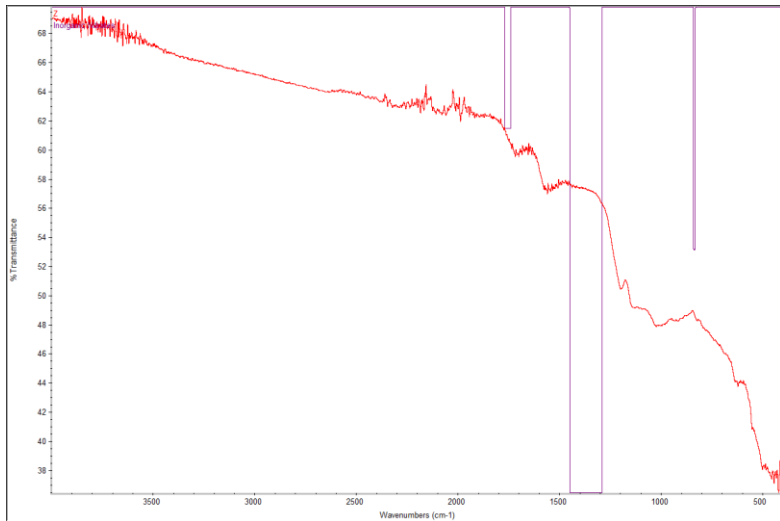


Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]
5.3848	42.87	0.6691	16.41215
20.7785	27.16	0.2007	4.27504
26.6203	78.41	0.1171	3.34867
28.0528	21.14	0.2007	3.18084
45.3503	5.30	0.8029	1.99981
50.0069	7.71	0.8029	1.82396



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI - ITS

FTIR rGO 0,68 gram Fe



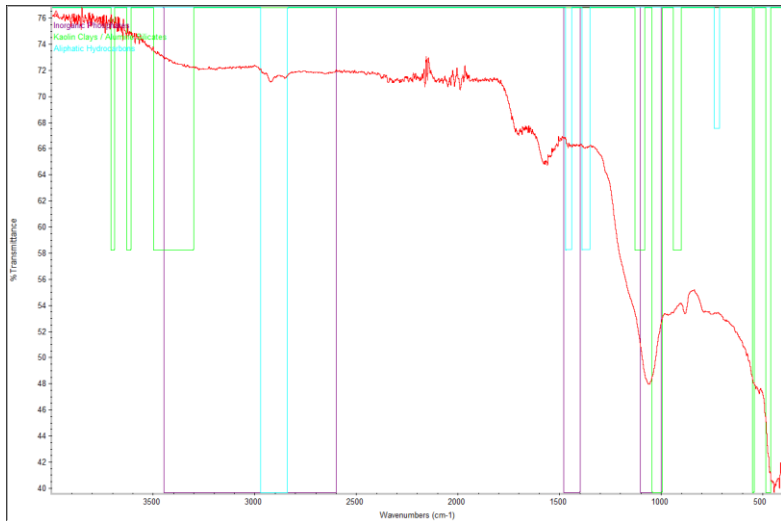
FTIR rGO 1,36 gram Fe





Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI - ITS

FTIR rGO 2,04 gram Fe





Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI - ITS

Hasil Pengujian FPP

Spesimen	ke-	Tebal (cm)	Volt (V)	Rata"	Arus (A)	Rata"	R (ohm)	Rata"	P (ohm/cm)	Rata"	σ (S/cm)	Rata"	σ (S/m)	Rata"
0,68 Fe	1	0,004	0,24	0,2296	0,0085	0,00808	28,23529	28,43267	0,511739241	0,515316	1,95412	1,941445	195,412	194,1445
	2	0,004	0,232		0,0083		27,95181		0,506601297		1,979399		197,3939	
	3	0,004	0,225		0,0081		27,77778		0,50344717		1,986306		198,6306	
	4	0,004	0,224		0,0078		28,71795		0,52048692		1,921278		192,1278	
	5	0,004	0,227		0,0077		29,48052		0,534307828		1,87158		187,158	
1,36 Fe	1	0,004	0,158	0,1628	0,0048	0,00564	32,9167	29,13269	0,596584897	0,528004	1,676207	1,91146	167,6207	191,146
	2	0,004	0,172		0,0058		29,65517		0,537473255		1,860558		186,0558	
	3	0,004	0,159		0,0058		27,41379		0,496850276		2,012679		201,2679	
	4	0,004	0,162		0,0065		24,92308		0,451708292		2,213818		221,3818	
	5	0,004	0,163		0,0053		30,75472		0,557401508		1,794039		179,4039	
2,04 Fe	1	0,004	0,12	0,1214	0,0028	0,0031	42,85714	39,41912	0,776747062	0,714436	1,28742	1,409963	128,742	140,9963
	2	0,004	0,124		0,0029		42,75862		0,774961437		1,290387		129,0387	
	3	0,004	0,119		0,0035		34		0,616219336		1,622799		162,2799	
	4	0,004	0,122		0,0032		38,125		0,690981241		1,447217		144,7217	
	5	0,004	0,122		0,0031		39,35484		0,713270958		1,401992		140,1992	



Laporan Tugas Akhir
Departemen Teknik Material FTI - ITS

Hasil Pengujian CV

Spesimen	IntIdv	w (g)	Scan Rate (V/s)	ΔE (V)	C (F/g)	E (Wh/Kg)	P (W/Kg)
0,68	1,69E-02	0,0123	0,005	0,8	172,015	14,862	2972,415
	2,21E-02	0,0123	0,01	0,8	112,450	9,716	971,566
	5,12E-02	0,0123	0,05	0,8	51,985	4,491	89,830
	6,99E-02	0,0123	0,1	0,8	35,531	3,070	30,699
1,36	3,48E-03	0,0039	0,005	0,8	111,400	9,625	1924,993
	4,05E-03	0,0039	0,01	0,8	64,982	5,614	561,441
	7,93E-03	0,0039	0,05	0,8	25,411	2,196	43,911
	1,03E-02	0,0039	0,1	0,8	16,499	1,426	14,255
2,04	4,87E-03	0,0058	0,005	0,8	104,917	9,065	1812,969
	4,28E-03	0,0058	0,01	0,8	46,071	3,981	398,053
	7,32E-03	0,0058	0,05	0,8	15,777	1,363	27,263
	9,31E-03	0,0058	0,1	0,8	10,032	0,867	8,668

BIODATA PENULIS



Penulis bernama Samuel, Lahir di Jakarta pada tanggal 6 Mei 1996. Penulis menempuh pendidikan dasar di SDK Nusa Melati . Kemudian dilanjutkan ke jenjang pertama di SMPN 160 Jakarta. Selanjutnya dilanjutkan ke jenjang atas di SMAN 62 Jakarta. Lalu penulis melanjutkan pendidikan ke perguruan tinggi negeri yaitu di Departemen Teknik Material FTI-ITS.

Selama menempuh perkuliahan penulis sudah mengikuti beberapa pelatihan, seperti Latihan Keterampilan Manajemen Mahasiswa Pra-Tingkat Dasar atau LKMM TD, Pelatihan Karya Tulis Ilmiah dan Pelatihan Jurnalistik Tingkat Dasar. Selain itu, penulis juga menjadi staff Kementrian Pemuda dan Kebangsaan di Badan Eksekutif Mahasiswa Institut Teknologi Sepuluh Nopember pada tahun kedua. Penulis sempat melakukan kerja praktek di PT Vale Indonesia.

Tugas akhir yang diambil penulis yaitu adalah bidang Inovasi Material dengan judul “Analisis Pengaruh Reduktor Ferrous (Fe) Terhadap Sifat Kapasitif Material *Graphene* Untuk Aplikasi Superkapasitor.”

(Halaman ini sengaja dikosongkan)